

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平10-513039

(43) 公表日 平成10年(1998)12月15日

(51) Int.Cl.⁴

C13D 3/14

識別記号

FI

C13D 3/14

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 42 頁)

(21) 出願番号 特願平8-511428
 (86) (22) 出願日 平成7年(1995)9月29日
 (85) 翻訳文提出日 平成9年(1997)3月31日
 (86) 国際出願番号 PCT/FI95/00538
 (87) 国際公開番号 WO96/10650
 (87) 国際公開日 平成8年(1996)4月11日
 (31) 優先権主張番号 944577
 (32) 優先日 1994年9月30日
 (33) 優先権主張国 フィンランド (FI)
 (31) 優先権主張番号 486, 921
 (32) 優先日 1995年6月7日
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 カルター リミテッド
 フィンランド国、エフアイエヌ-00240
 ヘルシンキ、キューリキンボルチー 2
 (72) 発明者 ヒエキ、ゲラン
 フィンランド国、エフアイエヌ-02480
 カントピク、リンコーヤンリネ 7
 (72) 発明者 ヘイッキレ、ヘイッキ
 フィンランド国、エフアイエヌ-02320
 エスポー、リスチニーメンチエ 32 グー
 33
 (74) 代理人 弁理士 粂 経夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 しよ糖を含む溶液の分別のための方法

(57) 【要約】

本発明は、ビートから取出されたしよ糖を含む溶液からしよ糖及び第2の溶解した成分を分離する方法に関し、ここにおいて溶液が、しよ糖を濃厚化したフラクション及び第2の溶解した成分を濃厚化したフラクション、又はしよ糖及び第2の溶解した成分を濃厚化したフラクションを生じるために、クロマトグラフィーシミュレーション移動ベッド方法によって第1の分別を受け、かつ第2の成分又はしよ糖と第2の成分を濃厚化したその結果得られるフラクションが、第2のしよ糖を濃厚化したフラクション及び第2の溶解した成分を濃厚化した分離したフラクションを生じるために、第2のクロマトグラフィー分別を受ける。

(2)

特表平10-513039

【特許請求の範囲】

1. ビートから取出されたしょ糖を含む溶液からしょ糖及び追加的に第2の溶解した成分を分離する方法であって、溶液が、しょ糖を濃厚化したフラクション及び第2の溶解した成分を濃厚化したフラクション、又はしょ糖及び第2の溶解した成分を濃厚化したフラクションを生じるために、クロマトグラフィーシミュレーション移動ベッド方法によって第1の分別を受け、かつ第2の成分又はしょ糖と第2の溶解した成分を濃厚化したその結果得られるフラクションが、第2のしょ糖を濃厚化したフラクション及び第2の溶解した成分を濃厚化した分離したフラクションを生じるために、第2のクロマトグラフィー分別を受けることを特徴とする方法。

2. しょ糖を濃厚化したフラクション、及びこれから分離して第2の溶解成分を濃厚化したフラクションが、第1の分別において回収されることを特徴とする、請求の範囲第1項に記載の方法。

3. 第2のしょ糖を濃厚化したフラクションが、第1のクロマトグラフィー分別によるしょ糖フラクションと組合わされ、かつしょ糖が、このようにして得られた組合わせしょ糖フラクションから回収されることを特徴とする、請求の範囲第2項に記載の方法。

4. 第2のしょ糖を濃厚化したフラクションが、第1のクロマトグラフィー分別のための供給溶液に戻され、か

つしょ糖が、第1の分別によって得られたしょ糖を濃厚化したフラクションから回収されることを特徴とする、請求の範囲第2項に記載の方法。

5. しょ糖及び第2の溶解成分を濃厚化したフラクションが、第1の分別において回収されることを特徴とする、請求の範囲第1項に記載の方法。

6. しょ糖が、第2のしょ糖を濃厚化したフラクションから回収されることを特徴とする、請求の範囲第5項に記載の方法。

7. 第2の溶解成分が、前記第2の溶解成分を濃厚化した第2の分別により得られたフラクションから少なくとも一部回収されることを特徴とする、請求の範囲

第1～6項のいずれか1つに記載の方法。

(3)

特表平10-513039

8、第2の溶解成分が、バタイン、イノシトール、ラフィノース、ガラクトノール、及びセリン及びその他のアミノ酸から選択されることを特徴とする、請求の範囲第1～7項のいずれか1つに記載の方法。

9、第2の溶解成分がバタインであることを特徴とする、請求の範囲第8項に記載の方法。

10、シミュレーション移動ベッド方法が、連続的なシミュレーション移動ベッド方法であることを特徴とする、請求の範囲第1～9項のいずれか1つに記載の方法。

11、シミュレーション移動ベッド方法が、順次シミュレーション移動ベッド方法であることを特徴とする、請求の範囲第1～9項のいずれか1つに記載の方法。

12、第2の分別が、バッチ方法で行なわれることを特徴とする、請求の範囲第1～11項のいずれか1つに記載の方法。

13、第2の分別が、連続的なシミュレーション移動ベッド方法によって行なわれることを特徴とする、請求の範囲第1～11項のいずれか1つに記載の方法。

14、第2の分別が、順次シミュレーション移動ベッド方法によって行なわれることを特徴とする、請求の範囲第1～11項のいずれか1つに記載の方法。

15、ビートから取出されたしょ糖を含む溶液が、ビート糖みつであることを特徴とする、請求の範囲第1～14項のいずれか1つに記載の方法。

16、クロマトグラフィー分別が、強力なカチオン交換器によって行なわれることを特徴とする、請求の範囲第1～15項のいずれか1つに記載の方法。

17、カチオン交換器が、ジビニルベンゼンに交差結合されかつ4～8%のジビニルベンゼン含有量を有するポリスチレンベースのカチオン交換器であることを特徴とする、請求の範囲第15項に記載の方法。

18、カチオン交換器が、主としてナトリウム及び／又はカリウムの形をしていることを特徴とする、請求の範囲第16項又は17項に記載の方法。

19、第2の分別に供給される溶液の乾燥固体の含有量が調節されることを特徴とする、請求の範囲第1～18項のいずれか1つに記載の方法。

(4)

特表平10-513039

20、第2の分別に供給される溶液のpHが、6.5～12の範囲に調節されることを特徴とする、請求の範囲第1～19項のいずれか1つに記載の方法。

(5)

特表平10-513039

【発明の詳細な説明】

しょ糖を含む溶液の分別のための方法

本発明は、溶液からしょ糖及び追加的に第2の溶解した成分を分離する方法に関する。さらに特定すれば、本発明は、しょ糖及びその他の溶解物質を含む溶液が、しょ糖を濃厚化したフラクション及び回収すべき第2の溶解した成分を濃厚化したフラクション、又はしょ糖及び前記第2の溶解した成分を濃厚化したフラクションを生じるために、クロマトグラフィーシミュレーション移動ベッド（SMB）方法によって第1に分別され、かつ前記第2の成分及び選択的にしょ糖を濃厚化したフラクションが、バッチ方法又はシミュレーション移動ベッド方法によってさらにクロマトグラフィー分別される、方法に関する。有利な構成に関して、本発明は、しょ糖を濃厚化したフラクション、及びバタイン、イノシトール、ラフィノース、ガラクトノール、又はセリン及びその他のアミノ酸のようなビートから取出された溶液中と一緒に存在する第2の有機化合物を濃厚化したフラクションを生じる、ビートから取出されたしょ糖を含む溶液の分別に関する。

以下の説明は、クロマトグラフィーの様式において通常のシミュレーション移動ベッドのための確立した簡易SMBを利用する。

しょ糖及びバタインが、クロマトグラフィー分離方法

によって精みつから回収できることは、周知である。スオメン・ソケリ・Oyに対するフィンランド国特許に相当するPCT出願公開第WO 81/02420は、バッチプロセスにより精みつからバタインを回収するためのクロマトグラフィー方法を記載しており、ここでは希釈された精みつは、アルカリ金属形のポリスチレンスルフォネートカチオン交換樹脂によって分別される。この方法は、しょ糖及びバタインの良好な分離を達成する。この引用文献は、第1の分別によって得られたバタインを濃厚化したフラクションが、その後のクロマトグラフィー精製を受ける方法も開示している。その後の精製ステップは、バタインを濃厚化したフラクションからその他の成分を分離することを可能にする。しかしながらこの方法によって得られたしょ糖及びバタインフラクションにおける乾燥固体の含

有量は、比較的わずかであり、それ故に結晶化によりそれぞれのフラクションが、

(6)

特表平10-513039

らしよ糖及びペクティンを回収する際に、大量の溶離剤水を蒸発させなければならない。

連続的に動作するクロマトグラフィー分離プロセスは、現在一般にSMB方法を利用し、この方法は、種々の異なった用途に利用される。SMB方法は、バッチ方法のものよりも数倍高い分離特性を有し、かつ生成物の著しく低い希釈度、又はその逆に溶離剤のわずかな消費の結果になる。

SMB方法は、連続又は順次モードにおいて実施する

ことができる。1960年代初期に米国特許第2,985,589号明細書に最初に開示された連続SMB方法において、すべての流体流は、典型的に連続して流れる。これら流れは：供給溶液及び溶離剤の供給、液体混紡物の再循環、及び生成物の回収である。これら流れの流速は、分離目標、すなわち増加した収量、純度又は容量にしたがって調節することができる。このような連続SMB方法によるしよ糖の分離は、ジ・アマルガメイテッド・シュガー・カンパニーによるPCT出願公開第WO91/08815号明細書、及びM. M. キールニー及びM. W. マムのジ・アマルガメイテッド・シュガー・カンパニーに譲渡された米国特許第4,990,259号明細書に記載されている。

順次SMB方法において、流体流のパターンは、連続SMB方法におけるものと同じであるが、いくつかの流体流は、連続的に流れない。しよ糖フラクションとペクティンフラクションがビート糖みつから回収される順次SMB分別方法は、米国特許第5127957号明細書に対応するスオメン・ソケリ・Oyに対するフィンランド国特許第86,416号明細書、及びスオメン・ソケリ・Oyに対するPCT出願公開第WO94/17213号明細書に開示されている。英国特許出願公開第2,240,053号明細書に対応する日本・オルガノ・Coに対するドイツ連邦共和国特許出願公開第4,041,414号明細書も、順次SMB方法を開示しており、こ

のSMB方法により、砂糖大根糖みつから複数の生成物フラクションが回収される。

(7)

特表平10-513039

砂糖工業において、しよ糖を回収するための糖みつの分別における重要なパラメータは、しよ糖の純度及び収量、分離能力、及び溶離剤／供給比を含んでいる。92%の純度及び90%の収量は、砂糖生産に関する通常の実要求である。能力を増大するために、一般にSMBプロセスにおいてバッチ処理の際よりも高い流速は、増加される。しかし流速の上昇とともに、しよ糖溶離プロファイルにおいて“フラットテール”が形成される。これは、しよ糖に加えて第2の溶解成分を回収することが望まれる場合、とくに不利である。この効果は、例えばPCT出願公開第WO81/02420号明細書及びフィンランド国特許第86,416号明細書に存在する溶離プロファイルを比較した際に明らかである。高いしよ糖収量を得る際に、ペタインの一部が、しよ糖フラクション内に進むことができ、ここからしよ糖結晶化ステップに取出されるので、ペタイン収量は減少する。同様に高いペタイン収量が望まれる場合、かなりの量のしよ糖は、ペタインフラクションになり、したがってしよ糖収量を減少し、かつペタインフラクションの純度をかなり害する。

前記の引用文献において、ドイツ連邦共和国特許出願公開第4,041,414号明細書のプロセスによって得られるペタインフラクションの純度は、比較的良好であり、乾燥固体ベース(d.s.)で80.9%である

が、87% d.s.のしよ糖フラクションの純度は、砂糖工業の実要求の観点において不適当である。前記引用文献における例3の供給溶液の組成から、“薄いジュース”が、“KAAK”方法（これは、サヤマ、K.、カマダ、T.及びオイカワ、S.、プロダクション・オブ・ラフィノーゼ：アン・ニュー・バイ・プロダクト・オブ・ザ・ビート・シュガー・インダストリー、ブリティッシュ・シュガー・plc、テクニカル・カンファレンス、イーストボウルネ、1992に記載されたような、カチオン交換－アニオン交換－アニオン交換－カチオン交換を参照されたい。）によるSMB分別の前に脱ミネラルされていたことを結論付けることができる。このようなビートシュガープロセスによって製造された糖みつは

、通常の糖みつとは異なった組成を有する。典型的にはビート糖みつは、乾燥固

体ベースで1.5～2.5重量%のラフィノーゼ及び2.5～4.5重量%のペタイン

(3)

特表平10-513039

ンを含んでいる。他方においてドイツ連邦共和国特許出願公開第4, 041, 414号明細書における例3の供給溶液は、乾燥固体ベースで17.3重量%のラフィノース含有量及び12.2重量%のベタイン含有量を有するので、ラフィノース対ベタイン比ベースで、通常のビート糖みつに含まれたほぼ半分のベタインが失われたことを結論付けることができる（明らかにイオン交換処理において）。

フィンランド国特許第86, 416号明細書に示された結果に関連して、ベタインフラクションに対する70.

8% d. s. 程度の純度は得られた（11.1% d. s. のしょ糖存在）。しかしながらしょ糖フラクションの86.8%の純度は、砂糖工業の要求を満たさない。同様にPCT出願第WO94/17213に報告されたベタインフラクションの47.5%の純度は、むしろ貧弱である。

本発明の目的は、しょ糖、及び追加的にベタイン、イノシトール、ラフィノース、ガラクトノール、又はセリン及びその他のアミノ酸のような第2の所望の有機成分が、しょ糖に対して一層高い収量及び少なくとも等価な純度を取得するように、ビートから取出されたしょ糖を含む溶液から回収することができる、分別方法にある。

本発明の別の目的は、従来のSMB方法によって得られる結果と比較して、第二の回収される成分、とくにベタインに対してさらに高い収量及びさらに高い純度を得るように、しょ糖及びベタインを分別することにある。

本発明のその他の目的は、しょ糖を含む溶液を分別することに関して従来のSMB方法に対して少なくとも等価な一能力及び溶離剤／供給比に関して経済的な分別を提供することにある。

これらの目的は、しょ糖を含む溶液からしょ糖及び追加的に第2の溶解した成分を分離する本発明による方法により達成され、この方法において、溶液が、しょ糖を濃厚化したフラクション（以下第1のしょ糖フラクション）及び第2の溶解した成分を濃厚化したフラクション、

(9)

特表平10-513039

を生じるために、SMB方法によって第1のクロマトグラフィー分別を受け、かつ第2の成分を濃厚化したその結果得られるフラクションが、第2のしよ糖を濃厚化したフラクション（以下第2のしよ糖フラクション）及び第2の溶解した成分を濃厚化した分離したフラクションを生じるために、第2のクロマトグラフィー分別を受ける。

第1の分別は、しよ糖と第2の成分が同じフラクション内において濃厚化されるように行なうことができる。

本発明の有利な実施例によれば、しよ糖と前記第2の成分は、第1のクロマトグラフィー分別において分離したフラクション内で濃厚化され、かつ第2の分別において得られたしよ糖フラクションは、第1の分別によるしよ糖フラクションと組合わされ、かつしよ糖は、このようにして得られた組合わせしよ糖フラクションから回収される。

本発明の別の有利な実施例によれば、しよ糖と前記第2の成分は、第1のクロマトグラフィー分別において分離したフラクション内で濃厚化され、かつ第2のしよ糖フラクションは、第1の分別のための供給溶液に戻される。この実施例において、しよ糖は、第1のしよ糖フラクションから回収される。

本発明の別の有利な実施例によれば、しよ糖及び第2の溶解成分を濃厚化したフラクションは、第1の分別において回収され、かつしよ糖は、第2のしよ糖フラクシ

ョンから回収され、かつ第2の溶解成分は、第2の分別により得られた前記第2の溶解成分を濃厚化したフラクションから回収される。この実施例において、得られたしよ糖フラクションは、砂糖工業において一般に使用される方法によりしよ糖を回収できるようにするために十分に純粋である。第2の分別により得られた第2の溶解成分を濃厚化したフラクションも、従来の技術により前記成分、例えばベタインを回収できるようにするために十分に純粋であることができる。

一般に第2の溶解成分は、第2の分別によって得られたフラクションから回収され、このフラクションは、第2の溶解成分を濃厚化されている。第2の溶解成

分の一部は、第1のクロマトグラフィー分別によって得られた前記第2の溶解成

(10)

特表平10-513039

分を濃厚化したフラクションから回収できる。その代わりに、第1のクロマトグラフィー分別によって得られた前記第2の成分を濃厚化した前記のフラクションは、前記第2の分別において得られたフラクションと組合わされ、このフラクションは、第2の溶解成分を濃厚化されている。用語“第2の溶解成分”は、ベタイン、イノシトール、ラフィノース、ガラクトノール、又はセリン及びその他のアミノ酸のように、ビートから取出される溶液中に通常存在する有機化合物のことを指している。第2のクロマトグラフィー分別、すなわち第1の分別によって得られた第2の溶解成分を濃厚化したフラクションの分別は、バッチ方法又はSMB方法のい

ずれかによって行なうことができる。

本発明は、とくにビート糖みつからしよ糖とベタインを回収するために適している。それ故に、本発明の以下の説明は、とくにしよ糖とベタインの回収に言及するが、本発明は、これに限定されるものではない。ベタインの代わりに又はこれに加えて、その他いかなる溶解した有機物質も、問題の分離に適するように処理条件とパラメータを調節することによって、同様に回収することができ、これは、当該技術分野の専門家にとって容易に達成することができる。

本発明による方法によれば、しよ糖収量は、砂糖工業において現在使用されているSMB方法と比較して、ほぼ10%まで改善することができる。この改善は、クロマトグラフィー分離のために砂糖工業により利用される大量の糖みつを考慮すれば、驚くべき経済的利点を表わしている。例えば米国において、500,000トンd. s. の糖みつが、現在毎年使用されている。

本発明による方法によって製造されたしよ糖フラクションの純度は、工業的に実行されるSMB方法に対して設定されたほぼ92%の目標に一致している。

ベタインに関しては、本発明による方法は、ほぼ30~70%の従来の収量に対してほぼ95%程度の収量、及びこれまで得られたほぼ25~70%（乾燥固体ベースで計算して）の純度に対してほぼ95%程度の純度を達成することがで

きる。

(11)

特表平10-513039

本発明による方法における第1のクロマトグラフィー分離は、米国特許第4, 402, 832号明細書（連続SMB方法）、フィンランド国特許第86, 416号明細書及びPCT出願第WO94/17213号明細書（前に述べた）に開示されたように、糖みつの分別に相当であることが知られている従来の技術のSMB方法及び装置によって行なうことができる。

第2のしょ糖フラクション及び第2のペタインフラクションを生じるために第1の分別において製造されたペタインフラクションをさらに分別することも、例えばPCT出願第WO81/02420号明細書におけるバッチ方法に関連して、かつフィンランド国特許第86, 416号明細書及びPCT出願第WO94/17213号明細書ににおけるSMB方法に関連して開示された方法及び装置を使用して、公知のクロマトグラフィー分離方法及び装置によって実施することができる。

連続SMB方法において、すべての流れ（供給溶液と溶離剤の供給、液体混合物のリサイクル、及び生成物フラクションの引出し）は、典型的に連続している。これら流れの速度は、分離目標（収率、純度、容量）にしたがって調節することができる。通常8ないし20の区分パッキング材料ベッドがあり、これらは、1つのループに組合わされる。供給及び生成物引出し点は、パッキング材料ベッドの下流方向に周期的にシフトされる。溶離剤と供給溶液の供給、生成物の引出し、及びパッキング

材料ベッドを通る流れのため、乾燥固体プロファイルは、パッキング材料ベッド内に形成される。パッキングベッド内において低い移動速度を有する構成要素は、乾燥固体プロファイルの背面勾配に集中し、一方高い移動速度を有する要素は、前面勾配に集中する。供給溶液と溶離剤の導入点、及び1つ又は複数の生成物の引出し点は、パッキング材料ベッド内において乾燥固体プロファイルが移動する大体において同じ速度で、徐々にシフトされる。1つ又は複数の生成物は、大体において乾燥固体プロファイルの前面及び背面勾配から引出される。供給溶液は、大体において周期的に移動する乾燥固体プロファイルの組成が供給溶液の組

成にもっとも近い点において適入され、かつ溶離剤は、近似的に乾燥固体プロフ

(12)

特表平10-513039

ファイルの最小濃度の点において導入される。分離された生成物の一部は、連続サイクル流のためにリサイクルされ、かつ乾燥固体プロファイルの一部だけが、1つのシーケンスの間にバックキング材料ベッドから引出される。

供給及び引出し点は、バックキング材料ベッドに沿って、典型的にはそれぞれの区分のバックキング材料ベッドの上流及び下流端に配置された供給及び生成物弁を利用して、周期的にシフトされる。さわめて高い純度の生成物フラクションを回収することが望まれる場合、短い相時間及び多数の区分のバックキング材料ベッドを使用しなければならない。必要な弁及び供給及び引出し装備は、装置の一部である。

順次S B M方法において、すべての流れ（供給溶液及び溶離剤の供給、液体混合物のリサイクル、及び生成物の引出し）が、連続的なわけではない。システム内において周期的に移動する1つ又は複数の乾燥固体プロファイルのシフトは、いぜんとして連続的である。種々の供給物及び生成物フラクションの流速と容積は、分離目標（収量、純度、容量）にしたがって調節することができる。

供給相の間に、供給溶液及び場合によっては同時の溶離相の間の溶離剤も、所定の区分のバックキング材料ベッド内に導入され、かつ同時に1つ又は複数の生成物フラクションが引出される。溶離相の間に、溶離剤は、1つ又は複数の所定の区分のバックキング材料ベッド内に導入され、かつ供給及び溶離相の間に、1つ又は複数の生成物フラクションが引出される。

リサイクル相の間に、本質的に供給溶液又は溶離剤は、区分バックキング材料ベッドに供給されず、かつ本質的に生成物は引出されない。順方向流は、少なくとも2つの区分バックキング材料ベッドを含むシステムにおいて固定の方法に維持され、かつ生成物は、前記の相を含む多重ステップシーケンスの間に、回収される。区分バックキング材料ベッドは、1つのカラムを含むことができ、又は複数の連続する区分バックキング材料ベッドを1つのカラムに束ねることができる。

供給相の間に、供給溶液は、区分バックキング材料ベッ

ド内に導入され、かつ対応する量の乾燥固体の生成物フラクションは、供給弁と

JP,10-513039,A

☒ STANDARD ☐ ZOOM-UP ROTATION No Rotation ☐ REVERSAL

RELOAD

PREVIOUS PAGE

NEXT PAGE

DETAIL

(14)

特表平10-513039

べく65～86°に加熱される。

溶離相は、主として水及び／又は非常に薄い水溶液（8重量％より少ない、なるべく1重量％より少ない乾燥固体含有量）を使用する。溶離剤は、40～95°、なるべく65～85°の温度を有する。

第1の分別により得られるペタインフラクションの乾燥固体含有量は、第2の分別の前に、バッチ分離のためほぼ25～50g／100gに、又はSMB分離のため典型的には20～80g／100g、なるべく40～70g／100gに調節される。

しよ糖は、結晶化による又はシロップ、又は精製に続

く液体砂糖のように砂糖工業において通常使われる方法によって、しよ糖フラクションから回収することができる。ペタインは、第2の分別によって得られるペタインフラクションから少なくとも一部回収される。これは、例えばPCT出願第WO81／02420号明細書に記載されたような結晶化によって実行することができ、又は前記フラクションは、濃縮ペタイン溶液として利用することができる。

しよ糖及びペタインの収量及び純度を最適化するため、供給溶液のpHも調節することができる。これは、一般に第2の分別の前に、6.5～12の範囲にかつなるべく9.5～11.5の間に調節される。

次の例は、しよ糖とペタインを回収するための分別するオート糖みつに関する本発明による方法を説明している。これらの例は、本発明の権利範囲を制限するものと解釈すべきものではなく、これらは本発明の特殊な実施例の説明にすぎない。

実施例1

順次SMB方法：ペタインフラクションのそれ以上の分離を行わない糖みつからしよ糖とペタインの分離（参考例）

図1に概略的に示したようなクロマトグラフィー装置を使用した。装置は、直列に接続された3つのカラム1～3、カラムを接続する流体導管4～7、糖みつ

空器8 水／溶離剤空器9 糖みつ供給導管10 溶離剤供給導

(15)

特表平10-513039

管11、リサイクルポンプ12、精みつ供給ポンプ13、溶離剤供給ポンプ14、熱交換器15～17、生成物フラクション引出し導管6、18～20、48及び49、及び弁21～47を含んでいる。さらに装置は、流れ及び圧力調整器（図示せず）を含んでいる。

カラムは、強力なカチオン交換樹脂、フィネクスCS11GC（商標名）、製造業者、フィネクスOyが詰込まれている。樹脂は、ポリスチレン／ジビニルベンゼン—バックボーンを有し、かつスルホン酸基によって活性化されており：平均ビード寸法（Na⁺形）は、ほぼ0.38mmである。樹脂は、ナトリウム形に再生され：分別の間、供給溶液からカチオンによって平衡化される。

テスト条件：

カラムの高さ 0.2m

樹脂ベッドの全高 10.5m

温度 08°C

供給溶液は、ビート糖みつであり、ここから炭酸ナトリウム（pHほぼ9）を加えることによって、カルシウムが沈殿させられ；炭酸カルシウム沈殿物は、ろ過によって取り除かれた。

分別は、次のステップを含む7ステップのシーケンスによって行なわれた：

ステップ1：供給溶液10は、80l/hの流速でカラム1内に導入され（供給相）、かつ残留フラクションは、導管48を通して同じカラム2の下流端部から溶離

された。同時に溶離剤は、25l/hの流速で弁26を通してカラム2に供給され（溶離相）、かつしょ糖フラクションは、導管6を通してカラム3から溶離された。

ステップ2：カラム内の液体は、120l/hの流速ですべてのカラムによって形成されたループ内においてリサイクルされた（リサイクル相）。

ステップ3：溶離剤は、120l/hの流速で弁23を通してカラム1内に導入され、かつ同時にベタインフラクションは、導管6を通してカラム3から溶離

された。

(16)

特表平10-513039

ステップ4：溶離剤11は、120 l/hの流速で弁23を通してカラム1内に導入され（溶離相）、かつ第2の残留フラクションは、導管49を通してカラム2の下流端部から溶離された。同時に溶離剤は、55 l/hの流速で弁29を通してカラム3に供給され（溶離相）、かつ第2のペタインフラクションは、導管6を通して同じカラムの下流端部から溶離された。

ステップ5：ステップ2と同じ。

ステップ6：溶離剤は、120 l/hの流速で弁23を通してカラム1内に導入され、かつ第3の残留フラクションは、導管6を通してカラム3の下流端部から溶離された。

ステップ7：ステップ2と同じ。

シーケンスが完全に実施された後、プロセス管理プログラムは、継続され、かつステップ1に戻った。このシーケンスを5ないし7回繰返すことによって、システム

は平衡化された。方法は、平衡状態に進み、かつ分離プロセスの進行は、濃度計、光学活性度のためのメータ及び導電度メータによってモニタされ、かつ分離は、マイクロプロセッサによって管理され、それにより供給物、リサイクル液体及び生成物フラクションの精密に定義された容積及び流速は、量／容積測定手段、弁及びポンプを利用して管理された。

この方法において、カラム3からのしょ糖フラクション、カラム3からの2つのペタインフラクション、及びそれぞれのカラムからの1つの残留フラクションが、引出された。ペタインフラクションは、残留フラクションのように組合わされた。

供給溶液、及び平衡に達した後の1つのシーケンスの間に引出された生成物フラクションの解析は、表1に示されており、ここでは、種々の成分のパーセンテージは、乾燥固体ベースの重量％として与えられている。

(17)

特表平10-513039

表 1

	乾燥固体 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %
供給溶液	46.5	58.1	5.2
しよ糖フラクション	25.8	92.1	0.8
ベタインフラクション	4.2	18.1	55.6
(組合わせ)			
残留物フラクション	5.0	12.7	4.5
(組合わせ)			

しよ糖フラクションへのしよ糖の収量は、90.1%、かつ組合わせベタインフラクションへのベタインの収量は、58.7%であった。

実施例 2

順次SMB方法：糖みつからしよ糖とベタインの分離、さらにベタインフラクションの分離

例 1 において説明された装置及びテスト条件が使用された。例 1 におけるものよりもしよ糖に関しては高い純度であるが低い収量、及びベタインに関しては低い純度であるが高い収量が、フラクション容積を調節することによって第 1 の分別において得られたことを除いて、手続きも、例 1 のものと同様であった。蒸発に続いて、その結果得られたベタインフラクションは、同様な順次SMB方法によって再分別を受けた。第 2 の分別により得られたしよ糖フラクションは、第 1 の分別によるしよ糖

フラクションと組合わされ、かつ残留フラクションは、同様に組合わされた。

供給溶液、及び平衡に達した後に 1 つのシーケンスの間に引出された生成物フラクションの解析は、表 2 に示されており、ここでは、種々の成分のパーセンテージは、乾燥固体ベースの重量%として与えられている。

(18)

特表平10-513039

表 2

	乾燥固体 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %
<u>第1の分別</u>			
供給溶液	46.5	58.1	5.2
しよ糖フラクション	25.5	92.6	0.4
ベタインフラクション	3.3	21.3	43.9
残留物フラクション	4.8	11.7	0.9

第2の分別

供給溶液	55.0	21.3	43.9
しよ糖フラクション	14.0	82.6	1.0
ベタインフラクション	8.3	1.1	85.2
残留物フラクション	4.1	11.2	2.2

組合わせ生成物フラクション

しよ糖フラクション	24.7	92.2	0.4
残留物フラクション	4.7	11.7	1.0

第1の分別によるしよ糖の収量は、89.4%、かつ

ベタインの収量は、89.9%であった。総合しよ糖収量は、組合わせたしよ糖フラクションから計算して、92.6%であり、かつ総合ベタイン収量は、第2の分別により得られたベタインフラクションから計算して、88.2%であった。第2の分別は、しよ糖の収量とベタインの純度のかなりの改善を提供した。加えてベタイン収量は、例1と比較しておおいに改善された。

実施例3

本質的に例2において説明した方法にしたがったが、第2の分別に関する供給溶液のpHの作用（この溶液は、第1の分別によるベタインフラクションから得られた）を研究し、（a）供給溶液のpHが調節されておらず、したがってpH

が1.0であり（b）供給溶液のpHが塩酸によって5.0に調節され

(19)

特表平10-513039

(c) 供給溶液のpHが、NaOHによって11.2に調節されるようにして、第2の分別を行なった。

第2の分別（すなわちベタインフラクションのその後の分離）のための供給溶液、及び平衡に達した後に1つのシーケンスの間に引出された生成物フラクションの解析は、表3に示されており、ここでは、種々の成分のパーセンテージは、乾燥固体ベースの重量%として与えられている。

	表3		
	乾燥固体 g/100g	しょ糖 %	ベタイン %
供給溶液	43.0	32.5	24.8
<u>(a) pH 10.2</u>			
しょ糖フラクション	16.6	84.6	0.1
ベタインフラクション	6.2	0.4	89.3
<u>(b) pH 9.5</u>			
しょ糖フラクション	17.9	81.1	0.1
ベタインフラクション	6.2	0.4	88.0
<u>(c) pH 11.2</u>			
しょ糖フラクション	15.4	82.5	0.1
ベタインフラクション	6.1	0.1	90.4

前記の場合(a)、(b)、(c)における第2の分別による収量は、次のとおりであった：

- (a) しょ糖 57.3%、ベタイン 95.4%
- (b) しょ糖 59.6%、ベタイン 96.8%
- (c) しょ糖 51.9%、ベタイン 96.8%

結果から明らかなように、供給溶液のpHは、しょ糖とベタインの純度と収量に影響を及ぼす。pHは、経済的な最適値にしたがって調節することができる。

実施例4

連続的MR法・糖みつからし・糖と副産物フラクションの分離（参考例）

(20)

特表平10-513039

テスト装置は、直列接続された14のカラムを含み、それぞれのカラムは、0.2 mの直径を有し、かつそれぞれのカラムは、0.85 mの高さを有するパッキング材料ベッドを含んでいる。図2は、テスト装置の概略ダイアグラムを示している。

カラムは、0.32 mmの平均ビード寸法を有するポリスチレンベースの交差結合された(5.5% DVB)強力なカチオン交換器を詰込まれている。パッキング材料は、供給溶液によって平衡化され、かつ主としてカリウム及びナトリウムの形をしている。

水は、溶離剤として、83.5 l/hの流速でカラムシステムに導入された。供給溶液は、150秒間にわたって13.5 l/hの流速で導管5 lを通してそれぞれの供給点から導入される。供給導管は、供給溶液の導入に続いて、溶離剤ですすがれる(30 s、13.5 l/h)。弁66~79を通る生成物フラクションの流速は、21 l/hに調節され、これは、76 l/hの副産物流速を形成した。副産物フラクションは、システムのために所望の圧力を確保するばねバイアスを加えた弁を通して引出された。300 l/hの平均リサイクル速度が維持された。実際にこの速度は、リサイクルループに沿った供給物導入及び生成物引出しの点の相対位置の変化にしたがって変化する。供給溶液及び溶離剤の導入の点、及び生成物フラクションの取出しの点は、180秒の間隔で1つのカラムづつ連続ステップごとに下流へシフト

された。

初めにシステムは、高い供給物流速及び低い溶離剤流速で満たされた。一度システムが満たされると、平衡が達成されるまで、システムを運転するために前記の流速設定点が使用された。

サンプルは、リサイクルループ内に配置されたサンプリング弁を介して、2分間隔で取出された。図3に示された濃度勾配は、サンプルの解析に基づいて描かれた。加えて供給溶液及び生成物及び副産物のフラクションが、解析された。結果は、表4に示されており、ここでは、種々の成分のパーセンテージは、乾燥固

(21)

特表平10-513039

表4

	供給溶液	生成物フラクション	副産物フラクション
乾燥固体含有量	65.0	25.3	4.9
g/100g			
しょ糖 %	60.4	87.2	19.0
ベタイン %	5.5	4.5	7.0
ラフィノース %	2.1	0.9	4.0
その他 %	32.0	7.4	70.0
流速 1/h	13.5	21.0	76.0
しょ糖フラクションへのしょ糖収量		87.6	

実施例5

糖みつからしょ糖とベタインの分離のための連続SM

B方法、及びベタインフラクションのその後の分離のためのバッチ方法

糖みつは、連続SMB方法によって分別され、ここにおいて例4のカラムシステムは、3つの生成物フラクション：しょ糖、ベタイン及び副産物フラクションを引出すことができるように変形されている。図4は、テスト装置の概略ダイアグラムを示している。しょ糖フラクションの流速は、21 l/hに調節され、かつベタインフラクションの流速は、18 l/hに調節されている。導管94を通した溶離剤の供給速度は、90.5 l/h、かつ導管95を通した供給物の流速は、13.5 l/hであった。したがって導管96を通した副産物フラクションの流速は、65 l/hであった。

ベタインフラクションは、55%の乾燥固体含有量に濃縮され、かつ直列に接続された2つのカラムを有する分離システムに供給された。カラムは、0.2 mの直径を有し、かつそれぞれのカラム内におけるパッキング材料ベッドは、0.85 mの高さを有する。パッキング材料は、例4におけるものと同じであった。

ベタインフラクションは、バッチ方法を利用し、第1のカラムの上流端部に2.6 lの供給溶液（乾燥固体ベースで55重量%）を供給して、引続き分別され

た。供給物は 60分の間隔で繰返して導入され、溶離は 20 l/hの流速で

(22)

特表平10-513039

行なわれた。次のフラクションが、カラムの底部から引出された：

フラクション1：副産物8.6 l

フラクション2：リサイクルフラクション2 l（実際の供給物の前にカラムに導入）

フラクション3：生成物溶液2.6 l

フラクション4：リサイクルフラクション1.4 l（実際の供給に続いてカラムに導入）

フラクション5：ペタインフラクション5.0 l

フラクション6：溶離剤リサイクル10 l

この手続き及びカラム分布により、ペタイン分離は、製造されたペタインフラクションに関して、14のカラムを有する単一カラムシステムの容量の2倍の容量を持っていた。

カラムシステムの充填及び平衡、サンプリング、及びサンプルの解析は、前記のように行なわれた。第1の連続SMB分離による濃度勾配は、図5に示されている。結果は、表5に示されており、ここでは、種々の成分のパーセンテージは、乾燥固体ベースの重量％として与えられている。

(23)

特表平10-513039

表5

糖みつの分別、連続SMB

	乾燥固体 含有量 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %	ラフィ ノース %	その他 %	流速 1/h
供給溶液	65.0	60.4	5.5	2.1	32.0	13.5
しよ糖フラクションI	25.2	87.6	4.5	0.9	7.0	21.0
ベタインフラクションI	3.5	45.2	31.1	0.4	23.3	18.0
副産物フラクションI	4.9	13.7	2.3	4.6	79.4	65.0
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			87.6%			
ベタインフラクションへのベタイン収量			37.0%			

ベタインフラクションの分別、バッチ方法

供給溶液	55.0	45.2	31.1	0.4	23.3
しよ糖フラクションII	22.8	92.6	2.2	0.2	5.0
ベタインフラクションII	10.3	5.4	88.3	0.0	6.3
副産物フラクションII	4.5	18.0	3.2	1.2	77.6
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			86.2%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			94.5%		

組合わせしよ糖及び副産物フラクション

しよ糖フラクションI+II	25.1	87.8	4.4	0.9	6.9
ベタインフラクションII	10.3	5.4	88.3	0.0	6.3
副産物フラクションI+II	4.8	13.9	2.3	4.5	79.3
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			91.8%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			35.0%		

結果から明らかなように、しよ糖の収量は、87.6%から91.8%に増加し、かつしよ糖の純度は、87.

2%から87.8%に増加した。この簡単な変更によって、ベタインは、ほぼ35%の収量及び88.3%の純度で回収された。低いベタイン収量は、連続SMB方法の結果であり、ここでは供給流は、中断されず、したがってベタインのか

りの部分は、しよ糖フラクション内において生じられた。送液流速の増加及び

(24)

特表平10-513039

ベタインフラクションの流速の増加に比例して、ベタイン収量は、ほぼ50～60%に増加することができる。

実施例6

糖みつからしよ糖とベタインの分離及びベタインフラクションのその後の分離のための順次SMB方法

例4に開示された連続SMB方法は、ここにおいて区分パッキング材料ベッドと称した例4のカラムが、4つのカラムシステムを形成するように順に相互接続され、これらのうち2つのカラムが、区分パッキング材料ベッド1～3及び4～6によって形成され、かつ2つのカラムが、区分パッキング材料ベッド7～10及び11～14によって形成されるように、順次方法に変換された。したがってシステムは、それぞれ2.55mの区分パッキング材料ベッド全高を有する2つのカラム、及びそれぞれ3.4mの区分パッキング材料ベッド全高を有する2つのカラムを有する。図6は、装置の概略ダイヤグラムを示している。

分別は、次の8ステップのシーケンスにより順次に行なわれた：

ステップ1：15lの供給溶液が、75l/hの流速で区分パッキング材料ベッド1に導入され、かつ副産物フラクションが、区分パッキング材料ベッド10から引出された。20lの溶離剤が、100l/hの流速で区分パッキング材料ベッド11に導入され、かつしよ糖フラクションが、区分パッキング材料ベッド14から引出された。

ステップ2：8lの液体が、すべてのカラムによって形成されるループ内において、100l/hの流速でリサイクルされた。

ステップ3：12lの溶離剤が、120l/hの流速で区分パッキング材料ベッド1に導入され、かつ副産物フラクションが、区分パッキング材料ベッド3から引出された。同時に12lの溶離剤が、120l/hの流速で区分パッキング材料ベッド4に供給され、かつベタインフラクションが、区分パッキング材料ベッド14から引出された。

ステップ4：14lの溶離剤が、120l/hの流速で区分パッキング材料ベッド1に導入され、かつベタインフラクションが、区分パッキング材料ベッド1

(25)

特表平10-513039

4から引出された。

ステップ5：8 lの液体が、すべてのカラムによって形成されるループ内において、100 l/hの流速でリサイクルされた。

ステップ6：10 lの溶離剤が、100 l/hの流速

で区分パッキング材料ベッド1に導入され、かつ副産物フラクションが、区分パッキング材料ベッド14から引出された。

ステップ7：4 lの溶離剤が、120 l/hの流速で区分パッキング材料ベッド1に導入され、かつ副産物フラクションが、区分パッキング材料ベッド14から引出された。

ステップ8：12 lの溶離剤が、区分パッキング材料ベッド7に導入された。プロファイルは、再循環によって区分パッキング材料ベッド1にシフトされ、かつ副産物フラクションは、区分パッキング材料ベッド6から引出された。

ペクチンフラクションは、55%の乾燥固体含有量に濃縮され、かつ3つのカラムを含む分離システムに導入された。図7は、装置の概略ダイアグラムを示している。カラムは、0.2 mの直径を有し、かつそれぞれのカラムにおけるパッキング材料ベッドは、0.85 mの高さを有する。パッキング材料は、例4におけるものと同じである。

分別は、次の8つのシーケンスにより順次に行なわれた：

ステップ1：2 lの供給溶液が、60 l/hの流速でカラム1に導入され、かつ副産物フラクションが、カラム2から引出された。2.7 lの溶離剤が、80 l/hの流速でカラム3に供給され、かつしょ糖フラクション

が、カラム3から引出された。

ステップ2：1.5 lの供給溶液が、60 l/hの流速でカラム1に供給され、かつしょ糖フラクションが、カラム3から引出された。

ステップ3：1.5 lの液体が、すべてのカラムによって形成されるループ内において、60 l/hの流速でリサイクルされた。

ステップ4：2 lの溶離剤が、60 l/hの流速でカラム1に導入され、かつ

(26)

特表平10-513039

ベタインフラクションが、カラム3から引出された。

ステップ5：1.8 lの溶離剤が、54 l/hの流速でカラム1に導入され、かつ副産物フラクションが、カラム1から引出された。同時に4 lの溶離剤が、120 l/hの流速でカラム2に供給され、かつベタインフラクションが、カラム3から引出された。

ステップ6：3 lの液体が、すべてのカラムによって形成されるループ内において、60 l/hの流速でリサイクルされた。

ステップ7：1.5 lの溶離剤が、60 l/hの流速でカラム1に導入され、かつ副産物フラクションが、カラム3から引出された。

ステップ8：3 lの液体が、すべてのカラムによって形成されるループ内において、60 l/hの流速でリサイクルされた。

この手続きによって、ベタイン分離は、製造されたベ

タインフラクションの量に関して、第1の分離段階の2倍以上の容量を有する。したがってこのテストにおいて、容量及びエネルギー消費量に関するシーケンスの最適化は試みられなかったが、良好な収量及び純度が追求された。その結果、低いフラクション濃度が生じた。実際の工業的实施において、経済性に基づいて最適化が行なわれ、したがって最適値が、むしろここに開示された値とは相違することがあることは、当該技術分野の専門家にとって明らかである。

カラムシステムの充填と平衡、サンプルのサンプリングと解析は、例4におけるものと同様に行なわれた。第1の連続SMB分離における区分バックギング材料ベッド14の出力側からの濃度勾配は、図8に示されている。結果は、表6に示されており、ここでは、種々の成分のパーセンテージは、乾燥固体ベースの重量%として与えられている。

(27)

特表平10-513039

表 6

糖みつの分別、連続SMB

	乾燥固体 含有量 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %	ラフィ ノース %	その他 %
供給溶液	55.0	60.4	5.5	2.1	32.0
しよ糖フラクション I	24.3	92.3	0.9	1.2	5.6
ベタインフラクション I	3.9	44.9	45.5	0.7	8.9
副産物フラクション I	5.9	14.1	0.6	4.0	81.3
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			84.1%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			87.3%		

ベタインフラクションの分別、順次SMB

供給溶液	55.0	44.9	45.5	0.7	8.9
しよ糖フラクション I I	22.5	91.7	5.3	0.5	2.5
ベタインフラクション I I	16.0	7.4	88.9	0.0	3.7
副産物フラクション I I	3.0	25.3	1.0	5.6	68.2
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			87.0%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			94.8%		

組合わせしよ糖及び副産物フラクション

しよ糖フラクション I+II	24.2	92.3	1.2	1.1	5.4
ベタインフラクション II	16.0	7.4	88.9	0.0	3.7
副産物フラクション I+II	5.7	14.4	0.6	4.0	81.0
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			91.0%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			82.8%		

図 8 から明らかなように、例 5 の完全に連続的な方法と比較して、しよ糖からのベタインの著しく良好な分離

が達成されている。表 6 は、実質的に同様なカラム負荷によって、順次方法も、完全連続方法に対する 87.2 ~ 87.8 % よりも、しよ糖フラクションに対しで 92.3 % のかなり高い純度を生じる。二重の分離は、第 1 の分別が、比較的

低いしよ糖収量（例えば 8.4 %）で行われることを可能にし、しよ糖が低収

(28)

特表平10-513039

い分離容量及び低い蒸発の要求を実現する。二重の分離は、しょ糖収量を91.0%に増加する。ペタイン収量は、82.8%に容易に増加することができ、かつ多くの溶離剤量及びカラム容量によれば、ペタイン収量は、90%を超えることができる。

実施例7

組合わせしょ糖及びペタインフラクションからしょ糖フラクションとペタインフラクションを分離するための連続SMB方法が続いて行なう糖みつから副産物と組合わせしょ糖及びペタインフラクションを分離するための連続SMB方法
例4に記載したテスト装置及び樹脂が、この実験に使用された。

水は、溶離剤として、144.6 l/hの流速でカラムシステムに導入された。供給溶液は、165秒間にわたって23 l/hの流速でそれぞれの点において導管51を通して導入された。供給導管は、供給溶液の導入に続いて、溶離剤（15秒、22.9 l/h）によってすすがれた。弁66～79を通した生成物フラクションの

流速は、33.9 l/hに調節され、これは、133.7 l/hの副産物流を生じた。副産物は、システムのために所望の圧力を確保するばねバイアスされた弁を通して引出された。290 l/hの平均リサイクル速度が維持された。実際にはこの速度は、再循環ループに沿った供給物導入と生成物引出しの点の相対位置の変化にしたがって変化する。供給溶液と溶離剤の導入点及び生成物フラクションの引出し点は、180秒の間隔で1つのカラムづつ連続ステップごとにシフトされた。

例4において述べたように、システムは、サンプリングの前に平衡に達することができる。

リサイクル速度が、供給物及び生成物の流速に関して低下すると、例4におけるものよりも多くのペタインが、生成物フラクション内に得られる。生成物フラクションのしょ糖純度は、低くなる（87.2%に代わって85.6%）。しか

し分離容量は、著しく高くなる。

ほれム、その1、糖及びペタインを含むものの分離による生成物フラクションは

(29)

特表平10-513039

収集され、かつ同様な連続SMBシステムにおける供給溶液として使われる。蒸発は必要なく、生成物フラクションは、このように使われた。

水は、溶離剤として、42.4 l/hの流速でカラムシステムに導入された。供給溶液は、300秒にわたって34.9 l/hの流速でそれぞれの点において導管51を通して導入された。供給導管は、供給溶液の導入に続いて、溶離剤（10秒、34.9 l/h）によってす

すがれた。弁66～79を通したベタインフラクションの流速は、37.9 l/hに調節され、これは、39.4 l/hのしょ糖フラクション流を生じた。副産物は、システムのために所望の圧力を確保するばねバイアスされた弁を通して引出された。170 l/hの平均リサイクル速度が維持された。実際にはこの速度は、再循環ループに沿った供給物導入と生成物引出しの点の相対位置の変化にしたがって変化する。供給溶液と溶離剤の導入点及び生成物フラクションの引出し点は、310秒の間隔で1つのカラムづつ連続ステップごとにシフトされた。

このテストの結果は、表7に示されている。例5において述べたように、連続SMB方法によって3つの生成物フラクションを得ることを試みた場合よりも、結果が明らかに良好であることがわかる。最終的なベタイン純度は、低い（88.3%に代わって52.5%）が、全体的なベタインの回収は、ずっと良好（35%に代わって63.7%）であり、かつさらに重要なことに、しょ糖フラクションの純度は、著しく高い（87.8に代わって93.6%）。最終的な砂糖生成物は、このしょ糖フラクションの結晶化によって回収することができ、かつ高い純度のため、結晶化による収量は、著しく高い。イオン交換及び吸着技術による無色の又はほとんど無色の液体砂糖生成物又はシロップへのこの高品質しょ糖フラクションの精製も可能である。

(30)

特表平10-513039

表7

糖みつの分別、連続SMB

	乾燥固体 含有量 g/100g	しょ糖 %	ペタイン %	ラフィ ノース %	その他 %	流速 1/h
供給溶液	65.0	60.4	5.5	2.1	32.0	23.0
生成物フラクション	30.7	85.6	6.0	0.8	7.5	33.9
副産物フラクション	4.7	13.8	4.6	4.4	77.2	133.7
生成物フラクションへのしょ糖収量		92.0%				
生成物フラクションへのペタイン回収		70.8%				

生成物フラクションの分別、連続SMB

生成物フラクション	30.7	85.6	6.0	0.8	7.5	34.9
しょ糖フラクションI I	24.1	93.6	0.7	0.8	5.0	39.9
ペタインフラクションI I	3.2	16.6	52.5	1.6	29.2	37.4
しょ糖フラクションへのしょ糖収量		98.0%				
ペタインフラクションへのペタイン収量		90.0%				
しょ糖フラクションへの総合しょ糖収量		90.2%				
ペタインフラクションへの総合ペタイン収量		63.7%				

(31)

特表平10-513039

【図1】

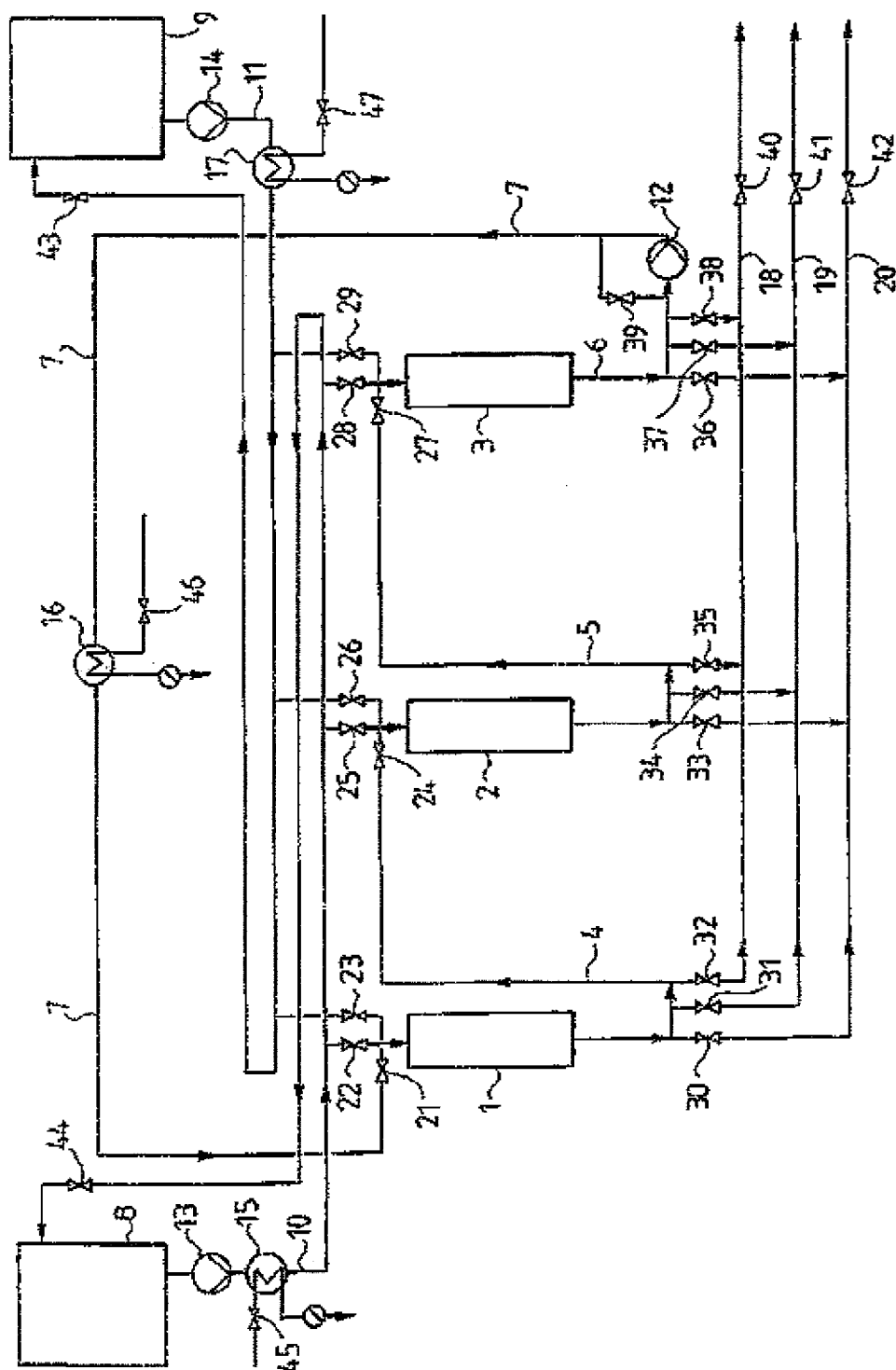


FIG. 1

(32)

特許平10-513039

【図 2】

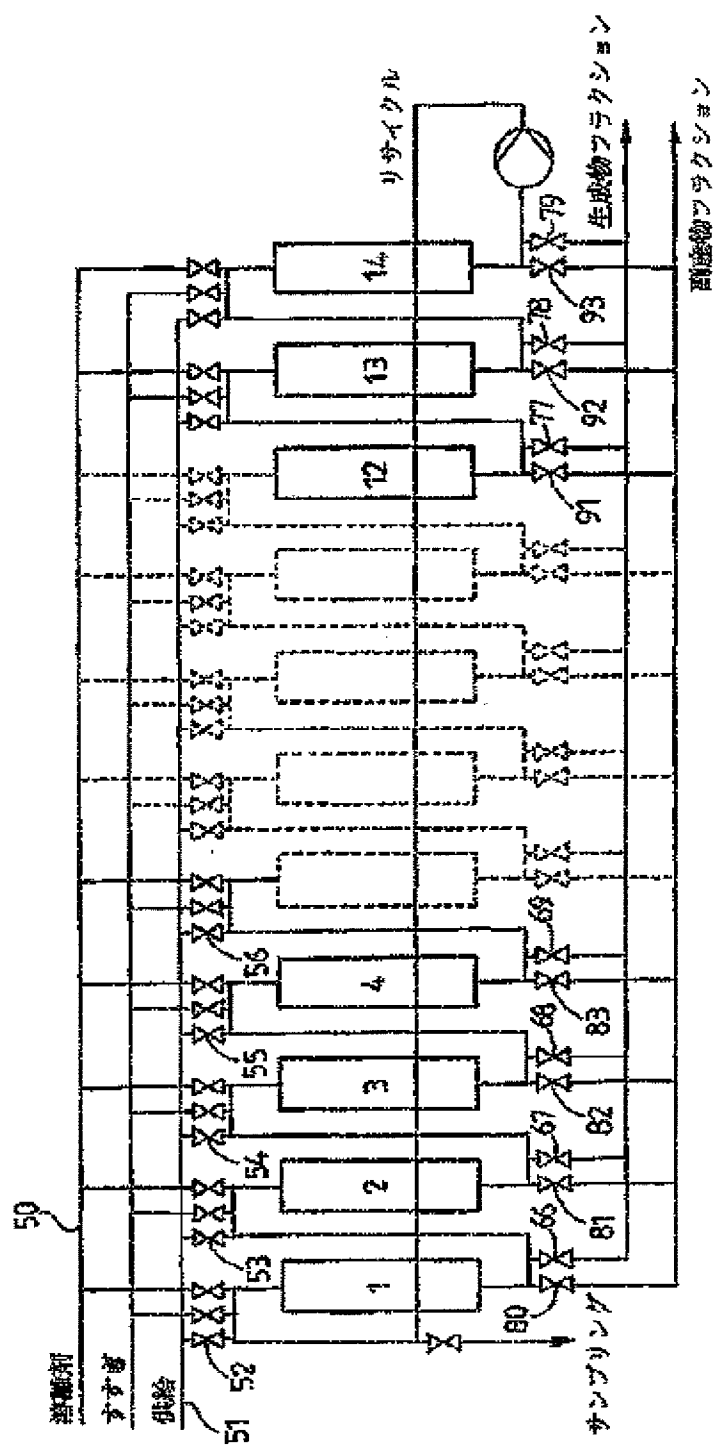
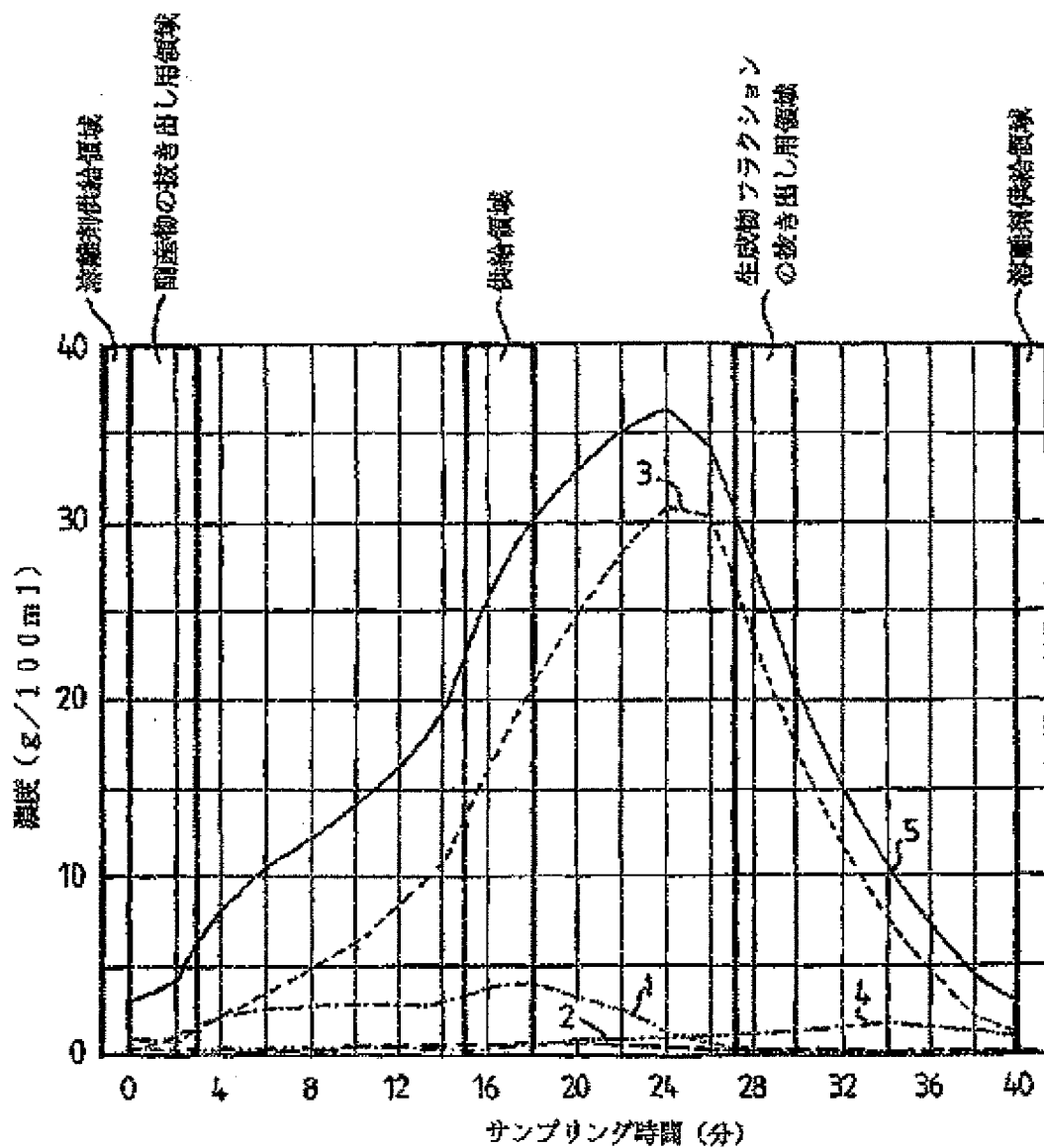


FIG. 2

(33)

特表平10-513039

【図3】



- 1 塩類 (HPLC)
- 2 ラフィノース
- 3 しよ糖
- 4 ベタイン
- 5 濃度

FIG. 3

(34)

特表平10-513039

【図4】

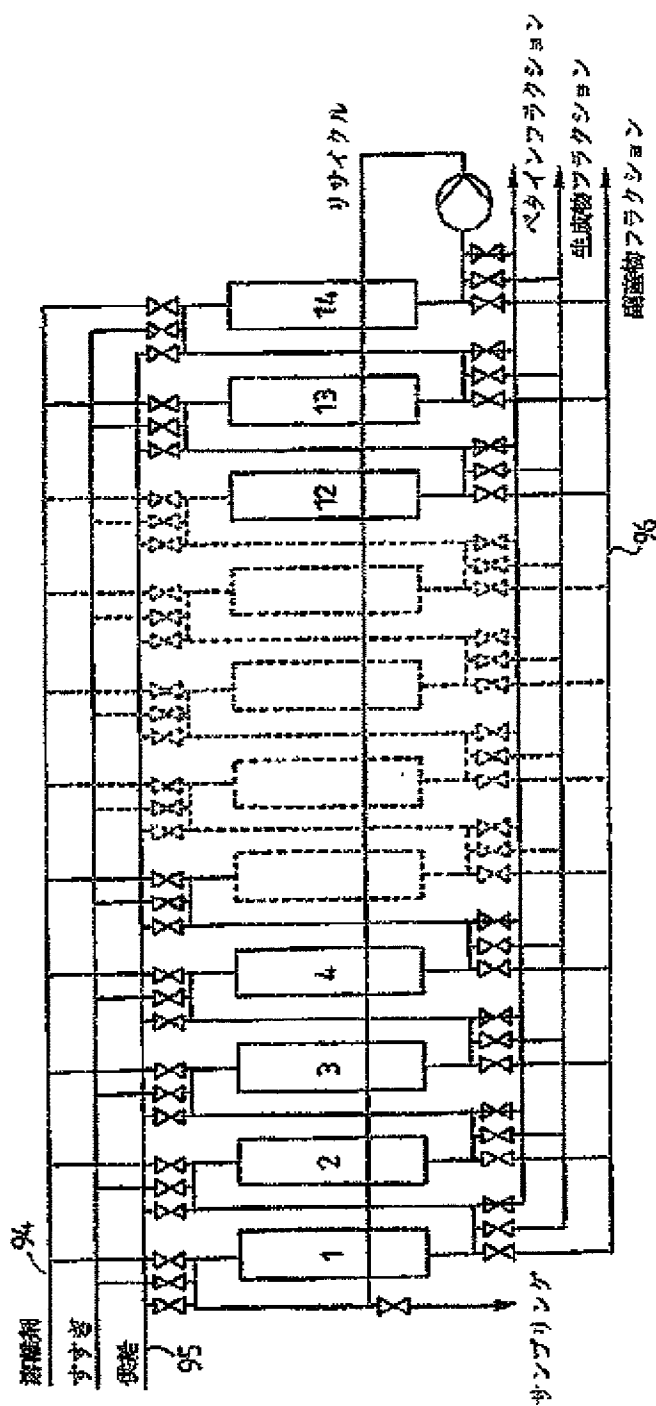


FIG. 4

(35)

特表平10-513039

【図5】

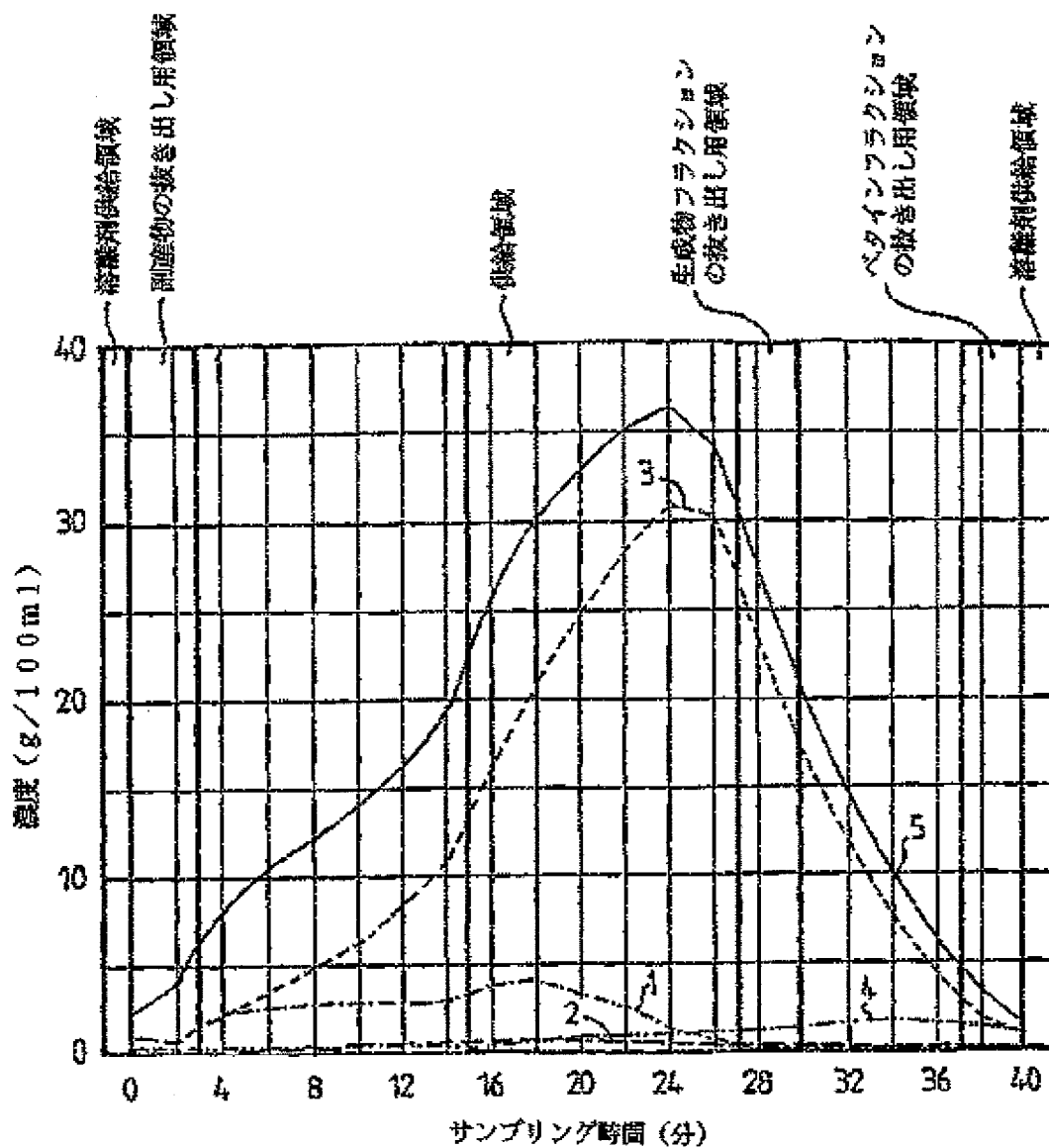


FIG. 5

(36)

特表平10-513039

【図6】

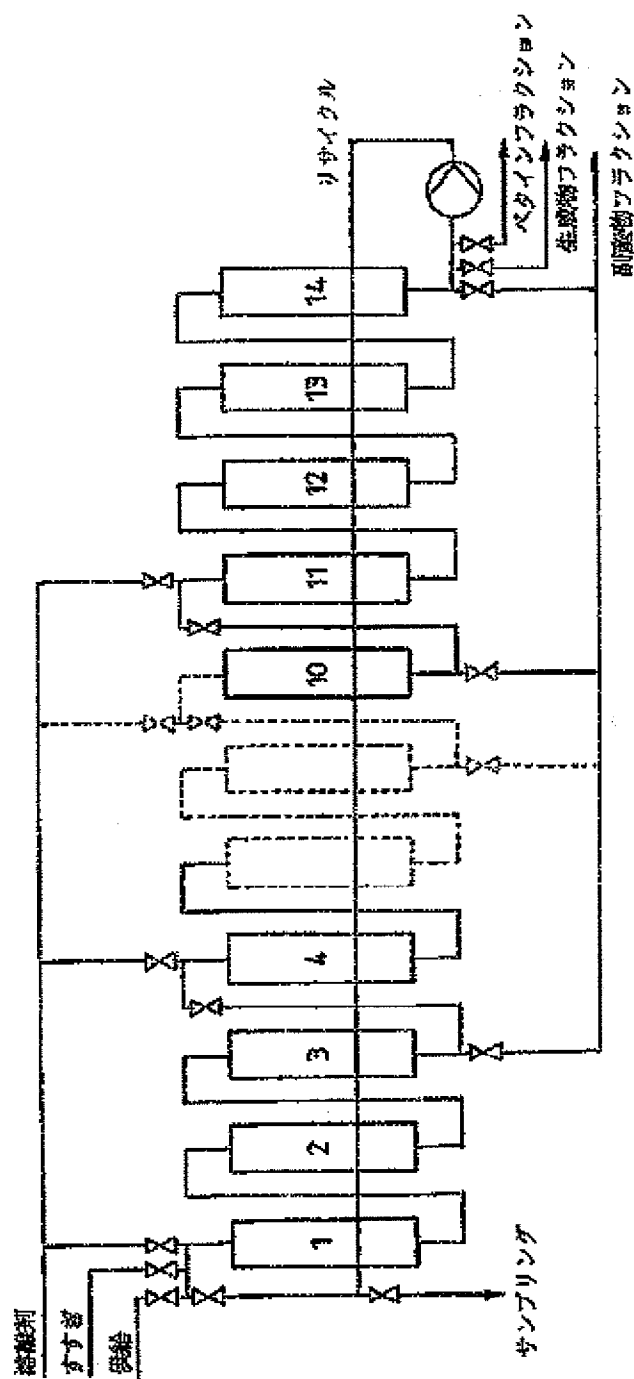


FIG. 6

(37)

特表平10-513039

【図7】

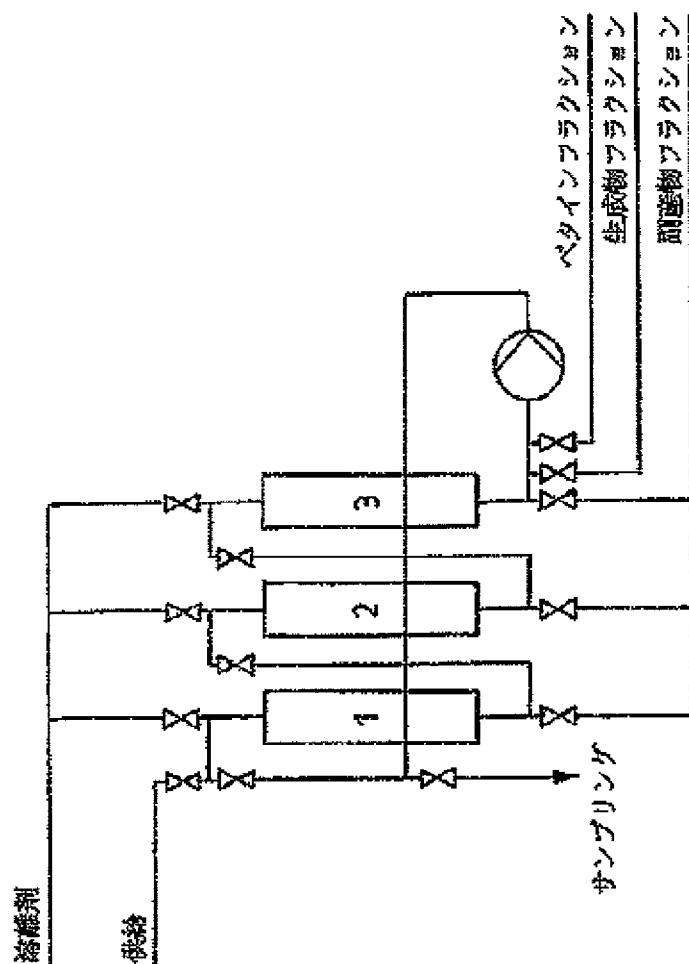


FIG. 7

(38)

特表平10-513039

【図8】

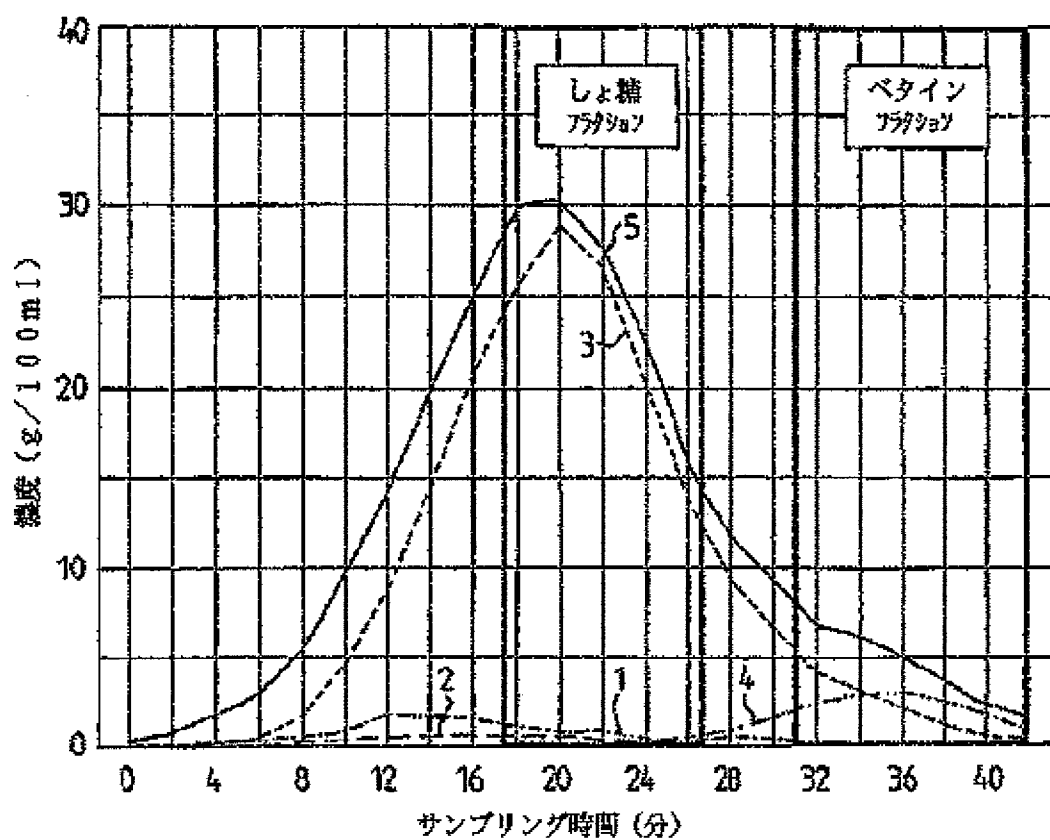


FIG. 8

(39)

特表平10-513039

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/FI 95/00538

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC6: C13D 3/14, C13J 1/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC6: C13D, C13J, B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

SE, DK, FI, NO classes as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base used, where practicable, search terms used)

WPI, IFIPAT

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 9417213 A1 (H. HEIKKILÄ ET AL), 4 August 1994 (04.08.94) --	1-20
Y	US 5217957 A (H. HEIKKILÄ ET AL), 7 July 1992 (07.07.92) --	1-20
A	WO 8102420 A1 (H. HEIKKILÄ ET AL), 3 Sept 1981 (03.09.81) --	1-20
A	EP 0101304 A2 (C.G. GERHOLD), 22 February 1984 (22.02.84) --	1-20

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E entire document but published on or after the international filing date

L documents which may draw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another obvious or other special reason (as specified)

O documents referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance: the claimed invention seems to be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is compared with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

Z document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

31 January 1996

Date of mailing of the international search report

12-02-1996

Name and mailing address of the ISA/
Swedish Patent Office
Box 5066, S-102 42 STOCKHOLM
Facsimile No. +46 8 666 02 86

Authorized officer

Gerd Strandell

Telephone No. +46 8 782 25 00

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

(40)

特表平10-513039

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP 95/00538

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2985589 A (D.B. BROUGHTON ET AL), 23 May 1961 (23.05.61) --	1-20
A	US 5102553 A (M.M. KEARNEY ET AL), 7 April 1992 (07.04.92) -- -----	1-20

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

(41)

特表平10-513039

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
 Information on patent family members

05/01/95

International application No.

PCT/FI 95/00538

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO-A1- 9417213	04/08/94	NONE	
US-A- 5217957	07/07/92	AU-A- 2543992	16/03/93
		WO-A- 9303721	04/03/93
		ZA-A- 9206245	21/02/94
WO-A1- 8102420	03/09/81	AT-E, T- 11132	15/01/85
		BE-A, A- 987652	15/06/81
		EP-A, B- 0054544	30/06/82
		SE-T3- 0054544	
		US-A- 4359430	15/11/82
EP-A2- 0101304	22/02/84	SE-T3- 0101304	
		AU-B, B- 565872	01/10/87
		AU-A- 1763383	16/02/84
		CA-A- 1190724	23/07/85
		JP-C- 1667193	29/05/92
		JP-B- 3025201	05/04/91
		JP-A- 59080306	09/05/84
		US-A- 4402832	06/09/83
		US-A- 4478721	23/10/84
US-A- 2985589	23/05/61	NONE	
US-A- 5102553	07/04/92	AU-A- 4815690	10/07/90
		CA-A- 2005702	16/06/90
		EP-A, A- 0448633	02/10/91
		JP-T- 4502276	23/04/92
		JP-B- 7034010	12/04/95
		US-A- 4990259	05/02/91
		WO-A- 9006796	28/06/90
		AU-A- 6908291	18/07/91
		WO-A- 9108815	27/08/91

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1995)

(42)

特表平10-513039






フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(KE, MW, SD, SZ, UG), AM, AT, AU, BB, BG, BR, BY, CA, C H, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LU, LV, MD, MG, M K, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TT, UA, UG, US, UZ, VN

(72)発明者 クイスマ, ヤルモ
フィンランド国, エフアイエヌ-02460
カントヴィク, エディス 1 イー 38

(72)発明者 モンテン, カヤーエリク
フィンランド国, エフアイエヌ-02520
ラビンキレ, ヘンリクスベルグ (番地表示なし)

(72)発明者 バーナメン, ハンヌ
フィンランド国, エフアイエヌ-02460
エスポー, ニッチボルク 14

METHOD FOR FRACTIONATION OF SUCROSE-CONTAINING SOLUTIONS**Publication number:** JP10513039 (T)**Publication date:** 1998-12-15**Inventor(s):****Applicant(s):****Classification:****- international:** **C13J1/06; C13D3/14; C13J1/00; C13D3/00;** (IPC1-7): C13D3/14**- European:** C13D3/14D**Application number:** JP19950511428T 19950929**Priority number(s):** WO1995FI00538 19950929; FI19940004577 19940930;
US19950486921 19950607**Also published as:** WO9610650 (A1)
 US5795398 (A)
 US6214125 (B1)
 RU2170261 (C2)
 PT764219 (E)

more >>

Abstract not available for JP 10513039 (T)

Abstract of corresponding document: **WO 9610650 (A1)**

The invention relates to a method for separating sucrose and a second dissolved component from a beet-derived sucrose-containing solution, wherein the solution is subjected to a first fractionation by a chromatographic simulated moving bed method to yield a sucrose-enriched fraction and a fraction enriched with the second dissolved component, or a fraction enriched with sucrose and the second component, and the resulting fraction enriched with the second component or with sucrose and the second component is subjected to a second chromatographic fractionation, to yield a second sucrose-enriched fraction and a separate fraction enriched with the second dissolved component.

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

*** NOTICES ***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS**[Claim(s)]**

1. It is the method of separating a cane sugar and an ingredient which the 2nd dissolved additionally from a solution containing a cane sugar taken out from a beat, Since a solution produces a fraction which thickened an ingredient in which a fraction which thickened or a cane sugar, and the 2nd dissolved an ingredient in which a fraction which thickened, and the 2nd dissolved a cane sugar, The 1st judgment is received by a chromatography simulation movable bed method, And since a fraction obtained as a result it thickened the 2nd ingredient or a cane sugar, and an ingredient that the 2nd dissolved produces a separated fraction which thickened an ingredient in which a fraction which thickened, and the 2nd dissolved the 2nd cane sugar, How receiving the 2nd chromatography judgment.
2. A method given in the 1st paragraph of a claim, wherein a fraction which thickened a cane sugar, and fractions which dissociated from now on and thickened the 2nd dissolution component are collected in the 1st judgment.
3. A fraction which thickened the 2nd cane sugar is a method given in the 2nd paragraph of a claim that is combined with a cane-sugar fraction depended independently, and is characterized by collecting cane sugars from a combination cane-sugar fraction produced by doing in this way by the 1st chromatography.
4. Method given in the 2nd paragraph of claim it is returned to supply solution since fraction which thickened the 2nd cane sugar is another by the 1st chromatography, and is characterized by collecting cane sugars from fraction which thickened cane sugar obtained by the 1st judgment.
5. A method given in the 1st paragraph of a claim, wherein fractions which thickened a cane sugar and the 2nd dissolution component are collected in the 1st judgment.
6. A method given in the 5th paragraph of a claim, wherein cane sugars are collected from a fraction which thickened the 2nd cane sugar.
7. Method of any one statement of the 1-6th paragraphs of claim, wherein the 2nd dissolution components are collected from fraction obtained by the 2nd judgment that thickened said 2nd dissolution component in part at least.
8. Method of any one statement of the 1-7th paragraphs of claim that the 2nd dissolution component is characterized by being chosen from betaine, inositol, raffinose, galactinol, serine, and other amino acid.
9. Method given in the 8th paragraph of claim, wherein the 2nd dissolution component is betaine.
10. A method of any one statement of the 1-9th paragraphs of a claim, wherein a simulation movable bed

method is the continuous simulation movable bed method.

11. A method of any one statement of the 1-9th paragraphs of a claim that a simulation movable bed method is characterized by being the simulation movable bed method one by one.

12. A method of any one statement of the 1-11th paragraphs of a claim, wherein 2nd judgment is performed by a batch method.

13. A method of any one statement of the 1-11th paragraphs of a claim, wherein 2nd judgment is performed by a continuous simulation movable bed method.

14. A method of any one statement of the 1-11th paragraphs of a claim, wherein 2nd judgment is performed by a simulation movable bed method one by one.

15. A method of any one statement of the 1-14th paragraphs of a claim that a solution containing a cane sugar taken out from a beat is characterized by being beet sugar Mitsu.

16. A method of any one statement of the 1-15th paragraphs of a claim, wherein chromatography judgment is performed by powerful cation exchanger.

17. A method given in the 15th paragraph of a claim, wherein a cation exchanger is a cation exchanger of a polystyrene base which cross linking is carried out to divinylbenzene, and has 4 to 8% of divinylbenzene content.

18. A method given in the 16th paragraph of a claim or the 17th paragraph, wherein a cation exchanger mainly has a form of sodium and/or potassium.

19. A method of any one statement of the 1-18th paragraphs of a claim, wherein content of a dry solid of a solution supplied to the 2nd judgment is adjusted.

20. A method of any one statement of the 1-19th paragraphs of a claim that the pH of a solution supplied to the 2nd judgment is characterized by being adjusted by the range of 6.5-12.

[Translation done.]

* NOTICES *

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

Method for judgment of the solution containing a cane sugar This invention relates to the method of separating from a solution a cane sugar and the ingredient which the 2nd dissolved additionally. If furthermore specified, the solution containing a cane sugar and other dissolved solids this invention, Since the fraction which thickened the ingredient in which the fraction which thickened or a cane sugar, and said 2nd [the] dissolved the ingredient in which the fraction which thickened, and the 2nd which should be collected dissolved the cane sugar is produced, It is related with the method by which it is classified by the 1st by the chromatography simulation movable bed (SMB) method, and chromatography judgment of said 2nd ingredient and the fraction which thickened the cane sugar selectively is further carried out by the batch method or the simulation movable bed method. The fraction to which this invention thickened the cane sugar about advantageous composition, And it is related with the judgment of the solution containing the cane sugar taken out from the beat which produces the fraction which thickened the 2nd organic compound that exists together in the solution taken out from a beat like a betaine, inositol, raffinose, galactinol or serine, and other amino acid.

The following explanation uses simple SMB established for the usual simulation movable bed in the form of chromatography.

It is common knowledge that a cane sugar and a betaine can collect from molasses by the chromatography separation method. the [equivalent to the Finland patent over SUOMEN SOKERI and Oy / PCT application public presentation] -- WO81/02420 have indicated the chromatography method for a batch process to recover a betaine from molasses.

Here, the diluted molasses is classified by polystyrene sulfonate cation exchange resin of an alkaline metal form.

This method attains good separation of a cane sugar and a betaine. This cited document is

indicating how the fraction which thickened the betaine obtained by the 1st judgment receives subsequent chromatography refining. Subsequent refining steps make it possible to separate other ingredients from the fraction which thickened the betaine. However, the content of the dry solid in the cane sugar and betaine fraction which were obtained by this method must evaporate a lot of [it is comparatively small, and / when crystallization so recovers a cane sugar and a betaine from each fraction] eluent water.

The chromatography separation process of operating continuously uses the SMB method for the general present, and this method is used for various different uses. The SMB method has several times as high separation characteristics as the thing of the batch method, and brings a result of the remarkable low degree of dilution of output, or its conversely slight consumption of a **** agent.

The SMB method can be enforced in continuation or serial mode. In the continuation SMB method first indicated by the U.S. Pat. No. 2,985,589 specification in early the 1960s, all the fluid streams flow continuously typically. These flows are supply of :supply solution and an eluent, recycle of a fluid mixed spinning thing, and recovery of output. The rate of flow of these flows can be adjusted according to a separation target, i.e., the yield which increased, purity, or capacity. Separation of the cane sugar by such a continuation SMB method, the [by JI Amal Gamay TEDDO Sugar Company / PCT application public presentation] -- it writes in the U.S. Pat. No. 4,990,259 specification transferred to WO 91/No. 08815 specification, an M.M. keel knee, and JI Amal Gamay TEDDO Sugar Company of M.W. MAMU.

One by one, in the SMB method, although the pattern of a fluid stream is the same as the thing in the continuation SMB method, some fluid streams do not flow continuously. The sequential SMB separating method with which a cane-sugar fraction and betaine fractions are collected from beet sugar Mitsu, the [to the Finland patent No. 86,416 specification to SUOMEN SOKERI and Oy corresponding to a U.S. Pat. No. 5127957 specification, and SUOMEN SOKERI and Oy / PCT application public presentation] -- it is indicated by WO 94/No. 17213 specification. The Federal Republic of Germany patent application public presentation No. 4,041,414 specification to Japan, ORGANO, and Co corresponding to the British patent application public presentation No. 2,240,053 specification is also indicating the SMB method one by one, and it by this SMB method. Two or more output fractions are collected from sugar beet molasses.

In sugar industry, the important parameter in judgment of the molasses for collecting cane sugars contains the purity and the yield, the separative power, and an eluent/delivery late of the cane sugar. 92% of purity and 90% of yield are the usual demands about sugar production. Since capability is increased, generally in a SMB process, it is increased by the rate of flow higher than the time of batch processing. However, with the rise of the rate of flow, a "flat tail" is formed in a cane-sugar elution profile. This is especially disadvantageous when to collect

the 2nd dissolution components in addition to a cane sugar is desired. this effect -- the [for example, / PCT application public presentation] -- it is clear when the elution profile which exists in WO 81/No. 02420 specification and the Finland patent No. 86,416 specification is compared. Since a part of betaine can progress into a cane-sugar fraction and it is taken out from here by the cane-sugar crystallization step when obtaining a high cane-sugar yield, a betaine yield decreases. When a high betaine yield is desired similarly, most quantity of a cane sugar becomes a betaine fraction, decrease in number a cane-sugar yield, and injures the purity of a betaine fraction considerably.

Although the purity of the betaine fraction obtained by the process of the Federal Republic of Germany patent application public presentation No. 4,041,414 specification is comparatively good in the aforementioned cited document and it is 80.9% of a dry solid base (d. s.), The purity of the cane-sugar fraction of 87%d.s is unsuitable in the viewpoint of a demand of sugar industry. The presentation of the supply solution of Example 3 in said cited document to "thin juice" is the "KAAK" method (this). SAYAMA, K., KAMADA, T. and an Oikawa minnow, S., production OBU raffinose : An Anh new ****- product OBU The Beet sugar industry, A British sugar and plc, technical conference, Please refer to yeast BOURUNE and cation exchange-anion exchange-anion exchange-cation exchange which was indicated to 1992. It can conclude that the demineral was carried out before the SMB judgment to depend. The molasses manufactured by such a beet sugar process has a different presentation from usual molasses. Typically, beet sugar Mitsu contains 1.5 to 3.5% of the weight of raffinose, and 3.5 to 6.5% of betaine on a dry solid basis. In another side, the supply solution of Example 3 in the Federal Republic of Germany patent application public presentation No. 4,041,414 specification, Since it has 17.3% of the weight of raffinose content, and 12.2% of the weight of betaine content on a dry solid basis, On a raffinose versus betaine ratio basis, the thing by which it was contained in usual beet sugar Mitsu and for which the half betaine was lost mostly can be concluded (clearly in ion exchange treatment).

70 [as opposed to / relate to the result shown in the Finland patent No. 86,416 specification, and / a betaine fraction].

The purity about 8%d.s. was obtained (cane-sugar existence of 11.1%d.s.). However, 86.8% of purity of a cane-sugar fraction does not fill a demand of sugar industry. the same -- the [PCT application] -- 47.5% of purity of the betaine fraction reported to WO94/17213 is poor rather.

The purpose of this invention on a cane sugar and an additional target A betaine, inositol, raffinose, It is in a separating method recoverable from the solution containing a cane sugar like galactinol or serine, and other amino acid taken out from the beat so that the organic component of the 2nd request may acquire a still higher yield and purity equivalent at least to a

cane sugar.

As compared with the result obtained by the conventional SMB method, another purpose of this invention is to classify a cane sugar and a betaine so that a still higher yield and still higher purity may be obtained to the ingredient from which the second is collected, especially a betaine.

The purpose of others of this invention is to provide economical judgment about - capability equivalent at least, and an eluent/delivery late to the conventional SMB method about classifying the solution containing a cane sugar.

In [these purposes are attained by the method by this invention which separates a cane sugar and the ingredient which the 2nd dissolved additionally from the solution containing a cane sugar, and] this method, Since a solution produces the fraction which thickened the ingredient in which the fraction (cane-sugar fraction of the following 1st) which thickened, and the 2nd dissolved the cane sugar, The fraction obtained as a result it received the 1st chromatography judgment by the SMB method and thickened the 2nd ingredient, Since the separated fraction which thickened the ingredient in which the fraction (cane-sugar fraction of the following 2nd) which thickened, and the 2nd dissolved the 2nd cane sugar is produced, the 2nd chromatography judgment is received.

1st judgment can be performed so that it may thicken in the fraction with same cane sugar and 2nd ingredient.

According to the advantageous example of this invention, a cane sugar and said 2nd ingredient, By the 1st chromatography, the cane-sugar fraction which it set independently, and thickened within the separated fraction, and was obtained in the 2nd judgment, It is combined with the cane-sugar fraction by the 1st judgment, and cane sugars are collected from the combination cane-sugar fraction produced by doing in this way.

According to another advantageous example of this invention, it thickens within the fraction which separated a cane sugar and said 2nd ingredient in the 1st chromatography judgment, and the 2nd cane-sugar fraction is returned to the supply solution for the 1st judgment. Cane sugars are collected from the 1st cane-sugar fraction in this example.

According to another advantageous example of this invention, the fraction which thickened a cane sugar and the 2nd dissolution component, It is collected in the 1st judgment, cane sugars are collected from the 2nd cane-sugar fraction, and the 2nd dissolution components are collected from the fraction which thickened said 2nd dissolution component obtained by the 2nd judgment. In this example, the obtained cane-sugar fraction is pure enough, in order to be able to collect cane sugars by the method generally used in sugar industry. The fraction which thickened the 2nd dissolution component obtained by the 2nd judgment can also be pure enough, in order for a Prior art to be able to recover said ingredient, for example, a betaine. The 2nd dissolution components are collected from the fraction obtained by the 2nd judgment,

and this fraction is having the 2nd dissolution component generally thickened. A part of 2nd dissolution component can collect said 2nd dissolution components obtained by the 1st chromatography judgment from the fraction which thickened. Instead, the aforementioned fraction which thickened said 2nd ingredient by the 1st chromatography judgment is combined with the fraction obtained in said 2nd judgment, and this fraction is having the 2nd dissolution component thickened. The term "2nd dissolution component" has pointed out the organic compound which usually exists in the solution taken out from a beat like a betaine, inositol, raffinose, galactinol or serine, and other amino acid. Either the batch method or the SMB method can perform 2nd chromatography judgment, i.e., judgment of the fraction which thickened the 2nd dissolution component obtained by the 1st judgment.

Especially this invention is suitable in order to collect a cane sugar and betaines from beet sugar Mitsui. So, although especially the following explanation of this invention mentions recovery of a cane sugar and a betaine, this invention is not limited to this. instead of [of a betaine] -- or -- in addition -- in addition, any dissolved organic substances can be collected in a similar manner by adjusting a processing condition and a parameter so that it may be suitable for the separation in question, and this can be attained easily for the specialist in the technical field concerned.

According to the method by this invention, the cane-sugar yield can improve to about 10% as compared with the SMB method used in sugar industry now. This improvement expresses the surprising economic advantage, if a lot of molasses used by sugar industry for chromatography separation is taken into consideration. For example, the molasses of 500,000 t d.s. is used in the U.S. every year [present].

The purity of the cane-sugar fraction manufactured by the method by this invention is in agreement with about 92% of target set up to the SMB method performed industrially.

About a betaine, the method by this invention can attain about about 95% of purity to about about 95% of yield, and about 25 to 70% (calculating on a dry solid basis) of purity obtained until now to about 30 to 70% of the conventional yield.

The 1st chromatography separation in the method by this invention, the [U.S. Pat. No. 4,402,832 specification (continuation SMB method), Finland patent No. 86,416 specification, and PCT application], as indicated by WO 94/No. 17213 specification (it stated above), The SMB method of a Prior art and device by which it is known that it is suitable for judgment of molasses can perform.

Classifying further the betaine fraction manufactured in the 1st judgment, since the 2nd cane-sugar fraction and the 2nd betaine fraction are produced, the [for example, / PCT application] -- in relation to the batch method in WO 81/No. 02420 specification, the [and / Finland patent No. 86,416 specification and PCT application] -- the method and device which were indicated in relation to the SMB method which is looked like [WO 94/No. 17213 specification], and can

be set can be used, and it can carry out with the publicly known chromatography separation method and device.

In the continuation SMB method, all the flows (supply of a supply solution and an eluent, recycling of a liquid mixture, and cash drawer of an output fraction) are continuing typically. The speed of these flows can be adjusted according to a separation target (yield, purity, capacity). Usually, there is a classification packing material bed of 8 thru/or 20, and these are combined with one loop. Supply and an output cash-drawer point are periodically shifted to the downstream direction of a packing material bed. A dry solid profile is formed in a packing material bed for the flow which passes along supply of an eluent and a supply solution, the cash drawer of output, and a packing material bed. The component which has low movement speed in a packing bed is concentrated on the back inclination of a dry solid profile, and the element which has high movement speed on the other hand is concentrated on front inclination. In most which a dry solid profile moves into a packing material bed, the introduction point of a supply solution and an eluent and the cash-drawer point of one or more output are the same speed, and are shifted gradually. One or more output is pulled out from the front face and back inclination of a dry solid profile in most. A supply solution is introduced in a point with the presentation of the dry solid profile which moves periodically in most nearest to the presentation of a supply solution, and an eluent is approximately introduced in the point of the minimum density of a dry solid profile. Some separated output is recycled for a continuous cycle style, and a part of dry solid profile is pulled out from a packing material bed among one sequence.

Supply and a cash-drawer point are periodically shifted using the supply and the output valve which have been typically arranged along with a packing material bed at the upper stream and the downstream end of a packing material bed of each classification. When to collect the output fractions of very high purity is desired, short phase time and the packing material bed of many classification must be used. Required valves, supplies, and cash-drawer equipment are some devices.

In the SBM method, no flows (supply of a supply solution and an eluent, recycling of a liquid mixture, and cash drawer of output) are continuous reasons one by one. The shift of one or more dry solid profiles which move periodically into a system is still carried out, and is continuous. The rate of flow and capacity of various feed stocks and an output fraction can be adjusted according to a separation target (a yield, purity, capacity).

Between supply phases, the eluent between simultaneous elution phases is also introduced by a supply solution and the case in the packing material bed of predetermined classification, and one or more output fractions are pulled out simultaneously. Between elution phases, an eluent is introduced in the packing material bed of one or more predetermined classification, and one or more output fractions are pulled out between supply and a elution phase.

Between recycling phases, a supply solution or an eluent is not supplied to a classification packing material bed, and output is not pulled out in essence. A forward direction style is maintained by the fixed method in the system containing at least two classification packing material beds, and output is collected between the multiplex step sequences containing the aforementioned phase. The classification packing material bed can bundle the classification packing material bed which can contain one column or in which plurality continues in one column.

A certain output fraction of the quantity which a supply solution is introduced in a classification packing material bed, and corresponds between supply phases, The same classification packing material bed as a supply point (in this case, another classification packing material bed) For example, from the point which can be arranged for it to be able to be in elution or a recycling phase. Or it is pulled out from the point which can be arranged on a classification packing material bed which is different from the thing of the supply point connected in series (letting another classification packing material bed pass probably) on the classification packing material bed in which a feed stock is introduced. Between recycling phases, the fluid in a classification packing material bed is recycled with one or more of the dry solid profiles in the loop containing one, two, or two or more classification packing material beds. Between elution phases, the output fraction of quantity which an eluent is introduced in a packing material bed, and corresponds is the same, or is pulled out from a downstream classification packing material bed.

As mentioned above, detailed explanation of these sequential SMB method applied in order to collect a cane sugar and betaines from B and molasses is the Finland patent No. 86,416. the [specification and PCT application] -- it is provided for WO 94/No. 17213 specification, and in the method by this invention,; these processes can be used in order to carry out 1st and 2nd judgment.

A actual move bed system can be attained by moving a packing material bed so that it may flow backwards to the direction of liquid flow of a dry solid profile. The result very similar to what is attained with a simulation movable bed of the ability to obtain with such a actual movable bed is obvious.

In the method by this invention, a cation exchanger with a gel type powerful if possible (for example, "dough EKUSU", "FUINEKUSU", a "pro light") is used as a packing material for a column, and, if possible, this has a form of sodium and/or potassium. If possible, a packing material is equilibrated to the form of the ion of a supply solution before judgment.

the dry solid content of the solution containing the cane sugar taken out from the beat with which chromatography separation should be presented -- typical -- 20-80 -- if possible, it is 70g [40-]/100g g/100 g. Before supplying a solution to a separation process, if possible, it is heated by 65-86 degrees 40-95-degree.

Water and/or very thin solution (dry solid content smaller if possible than 1 % of the weight smaller than 8 % of the weight) are mainly used for a elution phase. If possible, an eluent has 40-95 degrees of temperature of 65-85 degrees.

the dry solid content of the betaine fraction obtained by the 1st judgment -- a batch separation before the 2nd judgment sake -- about 25-50g/100 g, or a SMB separation sake -- typical -- 20-80 -- if possible, it is adjusted by 70g [40-]/100g g/100 g.

A cane sugar is recoverable from a cane-sugar fraction by the method usually used in sugar industry like syrup or the fluid sugar following refining according [or] to crystallization.

Betaines are collected from the betaine fraction obtained by the 2nd judgment in part at least. this -- the [for example, / PCT application] -- it can perform by crystallization which was written in WO 81/No. 02420 specification, or said fraction can be used as a concentration betaine solution.

Since the yield and purity of a cane sugar and a betaine are optimized, the pH of a supply solution can also be adjusted. this -- general -- before the 2nd judgment -- the range of 6.5-12 - - and if possible, it is adjusted between 9.5-11.5.

The following example explains the method by this invention about beet sugar Mitsu classified for collecting a cane sugar and betaines. These examples should not be interpreted as restricting the scope of right of this invention, and these are only explanation of the special example of this invention.

Example 1 the sequential SMB method; separation of the molasses which does not perform separation beyond it of a betaine fraction to a cane sugar, and a betaine (reference example) The chromatography apparatus as roughly shown in drawing 1 was used. A device, The three columns 1-3 and column which were connected in series. The fluid lead pipes 4-7 to connect, the molasses container 8, the water / eluent container 9, the molasses supply lead pipe 10, the eluent supply lead pipe 11, the recycling pump 12, the molasses feed pump 13, the eluent feed pump 14, the heat exchangers 15-17, the output fraction cash-drawer lead pipes 6, 18-20, and 48. And 49 and the valves 21-47 are included. Furthermore, the device contains the flow and the pressure regulator (not shown).

Cation exchange resin with a powerful column, FINEKUSU CS11GC (brand name), a manufacturer, and FINEKUSU Oy are stuffed. Resin has polystyrene / divinylbenzene backbone, and is activated with the sulfonic group, and; average bead size (Na⁺ type) is about 0.38 mm. A sodium form is reproduced and resin is equilibrated with a cation from a supply solution during; judgment.

Test condition: Height of a column. 0.2 m Overall height of a resin bed 10.5 m Temperature An 08 degreeC supply solution is beet sugar Mitsu.

By adding sodium carbonate (pH about 9) from here, calcium was settled and; calcium carbonate sediment was removed by filtration.

Judgment was performed by the sequence of seven steps containing the following step. : Step 1: The supply solution 10 was introduced in the column 1 at the 80l./h rate of flow (supply phase), and eluted the remains fraction from the downstream end of the same column 2 through the lead pipe 48. Simultaneously, the eluent was supplied to the column 2 through the valve 26 at the rate of flow of 25 l/h (elution phase), and the cane-sugar fraction was eluted from the column 3 through the lead pipe 6.

Step 2: In the loop formed by all the columns, the fluid in a column was recycled at the rate of flow of 120 l/h (recycling phase).

Step 3: At the rate of flow of 120 l/h, through the valve 23, it was introduced in the column 1 and the eluent eluted the betaine fraction from the column 3 through the lead pipe 6 simultaneously.

Step 4: The eluent 11 was introduced in the column 1 through the valve 23 at the rate of flow of 120 l/h (elution phase), and eluted the 2nd remains fraction from the downstream end of the column 2 through the lead pipe 49. Simultaneously, the eluent was supplied to the column 3 through the valve 29 at the rate of flow of 55 l/h (elution phase), and the 2nd betaine fraction was eluted from the downstream end of the same column through the lead pipe 6.

Step 5: It is the same as Step 2.

Step 6: The eluent was introduced in the column 1 through the valve 23 at the rate of flow of 120 l/h, and the 3rd remains fraction was eluted from the downstream end of the column 3 through the lead pipe 6.

Step 7: It is the same as Step 2.

After the sequence was carried out thoroughly, it was continued and the process control program returned to Step 1. The system was equilibrated by repeating this sequence 5 thru/or 7 times. A method progresses to an equilibrium situation and an advance of a separation process, In the meter and conductivity meter for a densimeter and the degree of optical activity, it is monitored and separation, It was managed by the microprocessor and the capacity and the rate of flow by which the feed stock, the recycle liquid object, and the output fraction were defined by that cause precisely were managed using quantity / capacity measuring means, the valve, and the pump.

In this method, the cane-sugar fraction from the column 3, two betaine fractions from the column 3, and one remains fraction from each column were pulled out. The betaine fraction was together put like a remains fraction.

The analysis of the supply solution and the output fraction pulled out among one sequence after reaching a balance is shown in Table 1.

Here, the percentage of various ingredients is given as weight [of a dry solid base] %.

表 1

	乾燥固体 g / 100 g	しょ糖 %	ベタイン %
供給溶液	46.5	58.1	5.2
しょ糖フラクション	25.8	92.1	0.8
ベタインフラクション (組合わせ)	4.2	18.1	55.6
残留物フラクション (組合わせ)	5.0	12.7	4.5

The yield of the betaine to 90.1% and a combination betaine fraction of the yield of the cane sugar to a cane-sugar fraction was 58.7%.

Example 2 the sequential SMB method: Separation of molasses to a cane sugar, and a betaine, and also separation of a betaine fraction The device and test condition which were explained in Example 1 were used. Except for the high yield having been obtained in the 1st judgment about the low yield and the betaine about the cane sugar by adjusting fraction capacity rather than the thing in Example 1, although it was low purity although it was high purity, procedure was the same as that of the thing of Example 1. The betaine fraction obtained as a result received re-judgment by the same sequential SMB method following evaporation. The cane-sugar fraction obtained by the 2nd judgment was combined with the cane-sugar fraction by the 1st judgment, and the remains fraction was put together similarly. The analysis of the output fraction pulled out among one sequence after reaching a supply solution and a balance is shown in Table 2.

Here, the percentage of various ingredients is given as weight [of a dry solid base] %.

表 2

	乾燥固体 g/100g	しょ糖 %	ベタイン %
<u>第1の分別</u>			
供給溶液	46.5	58.1	5.2
しょ糖フラクション	25.5	92.6	0.4
ベタインフラクション	3.3	21.3	43.9
残留物フラクション	4.8	11.7	0.9

第2の分別

供給溶液	55.0	21.3	43.9
しょ糖フラクション	14.0	82.6	1.0
ベタインフラクション	8.3	1.1	85.2
残留物フラクション	4.1	11.2	2.2

組合わせ生成物フラクション

しょ糖フラクション	24.7	92.2	0.4
残留物フラクション	4.7	11.7	1.0

The yield of 89.4% and a betaine of the yield of the cane sugar by the 1st judgment was 89.9%. A comprehensive cane-sugar yield is calculated from the combined cane-sugar fraction, and is 92.6%.

And the comprehensive betaine yield was calculated from the betaine fraction obtained by the 2nd judgment, and was 88.2%.

The 2nd judgment provided the remarkable improvement of the yield of a cane sugar, and the purity of a betaine. In addition, the betaine yield has greatly improved as compared with Example 1.

Example 3. Although the method intrinsically explained in Example 2 was followed, an operation (this solution was obtained from the betaine fraction by the 1st judgment) of the pH of the supply solution about the 2nd judgment is studied, and the pH of (a) supply solution is not adjusted, therefore pH is 10.2.

(b) The pH of the supply solution was adjusted by 9.5 with chloride, and by NaOH, as the pH of (c) supply solution was adjusted by 11.2, it performed 2nd judgment.

The analysis of the output fraction pulled out among one sequence after reaching the supply solution for the 2nd judgment (namely, separation of the after that of a betaine fraction) and a balance is shown in Table 3.

Here, the percentage of various ingredients is given as weight [of a dry solid base] %.

	表 3		
	乾燥固体 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %
供給溶液	43.0	32.5	24.8
<u>(a) pH 10.2</u>			
しよ糖フラクション	16.6	84.6	0.1
ベタインフラクション	6.2	0.4	89.3
<u>(b) pH 9.5</u>			
しよ糖フラクション	17.9	81.1	0.1
ベタインフラクション	6.2	0.4	88.0
<u>(c) pH 11.2</u>			
しよ糖フラクション	15.4	82.5	0.1
ベタインフラクション	6.1	0.1	90.4

In the aforementioned case, the yield by the 2nd judgment in (a), (b), and (c), It was as follows.
: (a) Cane sugar 57.3%, betaine 95.4% (b) Cane sugar 59.6%, betaine 96.8% (c) Cane sugar 51.9%, betaine 96.8%, so that clearly from a result, The pH of a supply solution affects the purity and the yield of a cane sugar and a betaine. pH can be adjusted according to an economical optimum value.

Example 4 the continuation SMB method: Separation of molasses to a cane sugar, and a by-product fraction (reference example)

Including the column of 14 with which the series connection of the test equipment was carried out, each column has a diameter of 0.2 m, and each column contains the packing material bed which has a height of 0.85 m. Drawing 2 shows the outline diagram of test equipment.

The powerful (5.5%DVB) cation exchanger to which cross linking of the polystyrene base which has an average bead size of 0.32 mm was carried out is stuffed into the column. A packing material is equilibrated with a supply solution, and mainly has a form of potassium and sodium.

Water was introduced into the ramie stem at the rate of flow of 83.5 l/h as an eluent.

A supply solution is introduced from each supply point through the lead pipe 5l over 150 seconds at the rate of flow of 13.5 l/h. Following introduction of a supply solution, a supply lead pipe is an eluent and is rinsed (30 s, 13.5 l/h). The rate of flow of the output fraction which passes along the valves 66-79 was adjusted by 21 l/h, and this formed the by-product rate of flow of 76 l/h. The by-product fraction was pulled out through the valve which added the spring bias which secures a desired pressure for the system. The average recycling speed of 300 l/h was maintained. This speed actually changes according to change of the relative position of the point of the feed stock introduction and the output cash drawer in alignment with a recycling loop. The supply solution, the point of introduction of an eluent, and the point of drawing of an output fraction were shifted to the lower stream for every column [every] continuation step at intervals of 180 seconds.

The introduction system was filled with the high feed stock rate of flow and the low eluent rate of flow. Once the system was filled, in order to operate a system, the aforementioned rate-of-flow set point was used until the balance was attained.

The sample was taken out at intervals of 2 minutes via the sampling valve arranged in a recycling loop. The concentration gradient shown in drawing 3 was drawn based on the analysis of a sample. In addition, the fraction of a supply solution, output, and a by-product was analyzed. The result is shown in Table 4.

Here, the percentage of various ingredients is given as weight [of a dry solid base] %.

表 4

	供給溶液	生成物フラクション	副産物フラクション
乾燥固体含有量 g/100g	65.0	25.3	4.9
しよ糖 %	60.4	87.2	19.0
ベタイン %	5.5	4.5	7.0
ラフィノース %	2.1	0.9	4.0
その他 %	32.0	7.4	70.0
流速 l/h	13.5	21.0	76.0
しよ糖フラクションへのしよ糖収量		87.6	

The batch method for separation of the after that of the continuation SMB method for separation of example 5 molasses to a cane sugar, and a betaine, and a betaine fraction Molasses, It is classified by the continuation SMB method, and in here, the ramie stem of Example 4 changes so that three output fraction:cane sugars and betaines, and a by-product

fraction can be pulled out. Drawing 4 shows the outline diagram of test equipment. The rate of flow of a cane-sugar fraction is adjusted [h] in 21l. /, and the rate of flow of the betaine fraction is adjusted [h] in 18l. /. The rate of flow of the feed stock in which the speed of supply of the eluent which let the lead pipe 94 pass let 90.5 l/h and the lead pipe 95 pass was 13.5 l/h. Therefore, the rate of flow of the by-product fraction which let the lead pipe 96 pass was 65 l/h.

The betaine fraction was condensed by 55% of dry solid content, and was supplied to the separation system which has two columns connected in series. The packing material [a column has a diameter of 0.2 m and] bed in each column is 0.

It has a height of 85 m. The packing material was the same as the thing in Example 4.

The betaine fraction used the batch method, supplied a 2.6-l. supply solution (it is 55 % of the weight of a dry solid base) to the upstream end of the 1st column, and was classified succeedingly. The feed stock was repeatedly introduced at intervals of 60 minutes. The elution was performed at the rate of flow of 30 l/h. The :fraction 1:by-product 8.6l fraction 2 by which the following fraction was pulled out from the pars basilaris ossis occipitalis of the column: 2l.

(it introduces into a column in front of a actual feed stock) of recycling fractions

the Fraction 3:output solution 2.6l -- 1.4l. (it introduces into a column following actual supply) of fraction 4:recycling fractions

Fraction 5: Betaine separation had [10 l. of fraction 6:eluent recycling] capacity twice the capacity of the single ramie stem which has a column of 14 about the manufactured betaine fraction according to this procedure and column distribution 5.0 l. of betaine fractions.

Restoration of a ramie stem and balance, sampling, and analysis of the sample were conducted as mentioned above. The concentration gradient by the 1st continuation SMB separation is shown in drawing 5. The result is shown in Table 5.

Here, the percentage of various ingredients is given as weight [of a dry solid base] %.

表 5

糖みつの分別、連続SMB

	乾燥固体 含有量 g/100g	しょ糖 %	ベタイン %	ラフィ ノース %	その他 %	流速 1/h
供給溶液	65.0	60.4	5.5	2.1	32.0	13.5
しょ糖フラクション I	25.2	87.6	4.5	0.9	7.0	21.0
ベタインフラクション I	3.5	45.2	31.1	0.4	23.3	18.0
副産物フラクション I	4.9	13.7	2.3	4.6	79.4	65.0
しょ糖フラクションへのしょ糖収量			87.6%			
ベタインフラクションへのベタイン収量			37.0%			

ベタインフラクションの分別、バッチ方法

供給溶液	55.0	45.2	31.1	0.4	23.3
しょ糖フラクション I I	22.8	92.6	2.2	0.2	5.0
ベタインフラクション I I	10.3	5.4	88.3	0.0	6.3
副産物フラクション I I	4.5	18.0	3.2	1.2	77.6
しょ糖フラクションへのしょ糖収量			86.2%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			94.5%		

組合わせしょ糖及び副産物フラクション

しょ糖フラクション I+II	25.1	87.8	4.4	0.9	6.9
ベタインフラクション II	10.3	5.4	88.3	0.0	6.3
副産物フラクション I+II	4.8	13.9	2.3	4.5	79.3
しょ糖フラクションへのしょ糖収量			91.8%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			35.0%		

The yield of a cane sugar increases to 91.8% from 87.6%, and the purity of a cane sugar is 87 so that clearly from a result.

It increased to 87.8% from 2%. The betaine was recovered by this easy change in about 35% of yield, and 88.3% of purity. A low betaine yield is a result of the continuation SMB method. Here, feeder current was not interrupted, therefore most portion of the betaine was lost in the cane-sugar fraction.

In proportion to the increase in the eluent rate of flow, and the increase in the rate of flow of a betaine fraction, it can be increased to about 50 to 60% by the betaine yield.

The sequential SMB method for separation of example 6 molasses to a cane sugar, and a betaine, and separation of the after that of a betaine fraction The continuation SMB method indicated by Example 4, Interconnection of the column of Example 4 called the classification packing material bed in here is carried out to order so that four ramie stems may be formed, It was changed into the method one by one so that two columns might be formed of the classification packing material beds 1-3, and 4-6 and two columns might be formed of the classification packing material beds 7-10, and 11-14 among these. Therefore, a system has two columns which have a classification packing material bed overall height of 2.55 m, respectively, and two columns which have a classification packing material bed overall height of 3.4 m, respectively. Drawing 6 shows the outline diagram of the device.

The supply solution of 1:15 l. of :steps to which judgment was performed one by one by the sequence of the following eight steps was introduced into the classification packing material bed 1 at the rate of flow of 75 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the classification packing material bed 10. A 20-l. eluent was introduced into the classification packing material bed 11 at the 100l./h rate of flow, and the cane-sugar fraction was pulled out from the classification packing material bed 14.

In the loop formed by all the columns, the fluid of 2:8 l. of steps was recycled at the rate of flow of 100 l/h.

The eluent of 3:12 l. of steps was introduced into the classification packing material bed 1 at the rate of flow of 120 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the classification packing material bed 3. Simultaneously, a 12-l. eluent was supplied to the classification packing material bed 4 at the rate of flow of 120 l/h, and the betaine fraction was pulled out from the classification packing material bed 14.

The eluent of 4:14 l. of steps was introduced into the classification packing material bed 1 at the rate of flow of 120 l/h, and the betaine fraction was pulled out from the classification packing material bed 14.

In the loop formed by all the columns, the fluid of 5:8 l. of steps was recycled at the rate of flow of 100 l/h.

The eluent of 6:10 l. of steps was introduced into the classification packing material bed 1 at the rate of flow of 100 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the classification packing material bed 14.

The eluent of 7:4 l. of steps was introduced into the classification packing material bed 1 at the rate of flow of 120 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the classification packing material bed 14.

The eluent of 8:12 l. of steps was introduced into the classification packing material bed 7.

The profile was shifted to the classification packing material bed 1 by the recirculation, and the by-product fraction was pulled out from the classification packing material bed 6.

The betaine fraction was introduced into the separation system which is condensed by 55% of dry solid content, and contains three columns. Drawing 7 shows outline diagram of the device. A column has a diameter of 0.2 m and the packing material bed in each column has a height of 0.85 m. The packing material is the same as the thing in Example 4.

Judgment was performed one by one by the following eight sequences. : The supply solution of 1:2 l. of steps was introduced into the column 1 at the rate of flow of 60 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the column 2. A 2.7-l. eluent was supplied to the column 3 at the rate of flow of 80 l/h, and the cane-sugar fraction was pulled out from the column 3.

The supply solution of the 2:1.5 l. step was supplied to the column 1 at the rate of flow of 60 l/h, and the cane-sugar fraction was pulled out from the column 3.

In the loop formed by all the columns, the fluid of the 3:1.5 l. step was recycled at the rate of flow of 60 l/h.

The eluent of 4:3 l. of steps was introduced into the column 1 at the rate of flow of 60 l/h, and the betaine fraction was pulled out from the column 3.

The eluent of the 5:1.8 l. step was introduced into the column 1 at the rate of flow of 54 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the column 1. Simultaneously, a 4-l. eluent was supplied to the column 2 at the rate of flow of 120 l/h, and the betaine fraction was pulled out from the column 3.

In the loop formed by all the columns, the fluid of 6:3 l. of steps was recycled at the rate of flow of 60 l/h.

The eluent of the 7:1.5 l. step was introduced into the column 1 at the rate of flow of 60 l/h, and the by-product fraction was pulled out from the column 3.

In the loop formed by all the columns, the fluid of 8:3 l. of steps was recycled at the rate of flow of 60 l/h.

In this procedure, betaine separation has the 1st phase more than twice the capacity of separation about the quantity of the manufactured betaine fraction.

Therefore, in this test, although optimization of the sequence about capacity and energy expenditure was not tried, a good yield and purity were pursued. As a result, low fraction concentration arose. In actual industrial operation, it is clear for the specialist in the technical field concerned that optimization is performed based on economical efficiency, therefore an optimum value may be different from the value indicated rather here.

Restoration of a ramie stem, balance, and a sampling and analysis of the sample were conducted like the thing in Example 4. The concentration gradient from the output side of the classification packing material bed 14 in the 1st continuation SMB separation is shown in drawing 8. The result is shown in Table 6.

Here, the percentage of various ingredients is given as weight [of a dry solid base] %.

表 6

糖みつの分別、連続SMB

	乾燥固体 含有量 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %	ラフィ ノース %	その他 %
供給溶液	55.0	60.4	5.5	2.1	32.0
しよ糖フラクション I	24.3	92.3	0.9	1.2	5.6
ベタインフラクション I	3.9	44.9	45.5	0.7	8.9
副産物フラクション I	5.9	14.1	0.6	4.0	81.3
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			84.1%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			87.3%		

ベタインフラクションの分別、順次SMB

供給溶液	55.0	44.9	45.5	0.7	8.9
しよ糖フラクション I I	22.5	91.7	5.3	0.5	2.5
ベタインフラクション I I	16.0	7.4	88.9	0.0	3.7
副産物フラクション I I	3.0	25.3	1.0	5.5	68.2
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			87.0%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			94.8%		

組合わせしよ糖及び副産物フラクション

しよ糖フラクション I+II	24.2	92.3	1.2	1.1	5.4
ベタインフラクション II	16.0	7.4	88.9	0.0	3.7
副産物フラクション I+II	5.7	14.4	0.6	4.0	81.0
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			91.0%		
ベタインフラクションへのベタイン収量			82.8%		

As compared with the completely continuous method of Example 5, the good separation with a remarkable betaine from a cane sugar is attained so that clearly from drawing 8. Table 6 produces [substantially] 92.3% of quite high purity to a cane-sugar fraction with the same column load rather than 87.2 to 87.8% [as opposed to a perfect continuous method in a method] one by one. Double separation makes it possible to perform 1st judgment with a comparatively low cane-sugar yield, for example, 84.1%, therefore realizes a demand of high separation capacity and low evaporation. Double separation is a cane-sugar yield 91 It increases to 0%. It can be easily increased to 82.8% by the betaine yield, and according to

many amounts of eluents and capacity of column, the betaine yield can exceed 90%. the continuation SMB method for combining with by-products from the molasses which continues and performs the continuation SMB method for separating a cane-sugar fraction and a betaine fraction from an example 7 combination cane sugar and a betaine fraction, and separating a cane sugar and a betaine fraction . The test equipment and resin which were indicated for Example 4 were used for this experiment.

Water was introduced into the ramie stem at the rate of flow of 144.6 l/h as an eluent. The supply solution was introduced through the lead pipe 5l in each point over 165 seconds at the rate of flow of 23 l/h. The supply lead pipe was rinsed by the eluent (15 seconds, 22.9 l/h) following introduction of a supply solution. The rate of flow of the output fraction which let the valves 66-79 pass was adjusted [h] in 33.9l. /, and this produced the by-product style of 133.7 l/h. By-products were pulled out through the valve which secures a desired pressure and by which spring bias was carried out for the system. The average recycling speed of 290 l/h was maintained. This speed changes according to change of the relative position of the point of the feed stock introduction and the output cash drawer in alignment with a recycle loop actually. The introduction point of a supply solution and an eluent and the cash-drawer point of the output fraction were shifted for every column [every] continuation step at intervals of 180 seconds.

As Example 4 was described, a system can be given to a balance before a sampling. If recycling speed falls about the rate of flow of a feed stock and output, many betaines will be obtained in an output fraction rather than the thing in Example 4. The cane-sugar purity of an output fraction becomes low (it replaces to 87.2% and is 85.6%). However, separation capacity becomes remarkably high.

The output fractions by this separation containing almost all the cane sugars and betaine are collected, and are used as a supply solution in the same continuation SMB system.

Evaporation was unnecessary and the output fraction was used in this way.

Water was introduced into the ramie stem at the rate of flow of 42.4 l/h as an eluent.

The supply solution was introduced through the lead pipe 5l in each point over 300 seconds at the rate of flow of 34.9 l/h. The supply lead pipe was rinsed by the eluent (10 seconds, 34.9 l/h) following introduction of a supply solution. The rate of flow of the betaine fraction which let the valves 66-79 pass was adjusted by 37.9 l/h, and this produced the 39.4l/h cane-sugar fraction style. By-products were pulled out through the valve which secures a desired pressure and by which spring bias was carried out for the system. The average recycling speed of 170 l/h was maintained. This speed changes according to change of the relative position of the point of the feed stock introduction and the output cash drawer in alignment with a recycle loop actually. The introduction point of a supply solution and an eluent and the cash-drawer point of the output fraction were shifted for every column [every] continuation step at intervals of 310

seconds.

The result of this test is shown in Table 7. As Example 5 was described, it understands it that a result is clearly good to obtain three output fractions by the continuation SMB method rather than the case where it tries. final betaine purity -- it is low (it replaces to 88.3% and is 52.5%) -- recovery of an overall betaine is fitness (it replaces to 35% and is 63.7%) all the time.

And to a still more important thing, the purity of a cane-sugar fraction is remarkably high (87.8 is replaced and it is 93.6%).

A final sugar output is recoverable by crystallization of this cane-sugar fraction, and since it is high purity, the yield by crystallization is remarkably high. Refining of this quality cane-sugar fraction to the fluid sugar output or syrup of the colorlessness or almost the colorlessness by ionic exchange and adsorption art is also possible.

表 7

糖みつの分別、連続SMB

	乾燥固体 含有量 g/100g	しよ糖 %	ベタイン %	ラフィ ノース %	その他 %	流速 1/h
供給溶液	65.0	60.4	5.5	2.1	32.0	23.0
生成物フラクション	30.7	85.6	6.0	0.8	7.5	33.9
副産物フラクション	4.7	13.8	4.6	4.4	77.2	133.7
生成物フラクションへのしよ糖収量			92.0%			
生成物フラクションへのベタイン回収			70.8%			

生成物フラクションの分別、連続SMB

生成物フラクション	30.7	85.6	6.0	0.8	7.5	34.9
しよ糖フラクション I I	24.1	93.6	0.7	0.8	5.0	39.9
ベタインフラクション I I	3.2	16.6	52.5	1.6	29.2	37.4
しよ糖フラクションへのしよ糖収量			98.0%			
ベタインフラクションへのベタイン収量			90.0%			
しよ糖フラクションへの総合しよ糖収量			90.2%			
ベタインフラクションへの総合ベタイン収量			63.7%			

[Translation done.]

* NOTICES *

JP0 and INPIT are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]

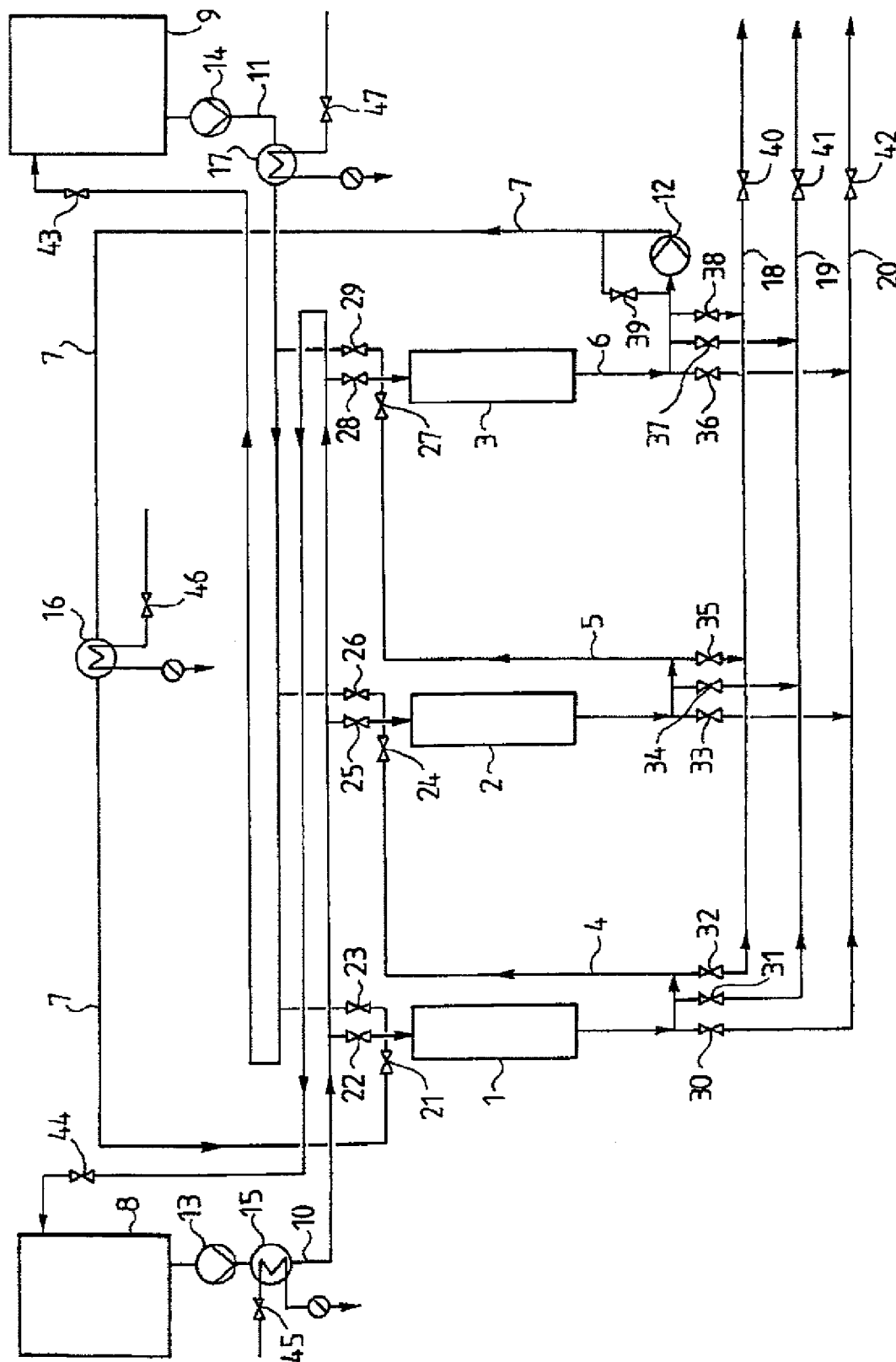


FIG. 1

[Drawing 2]

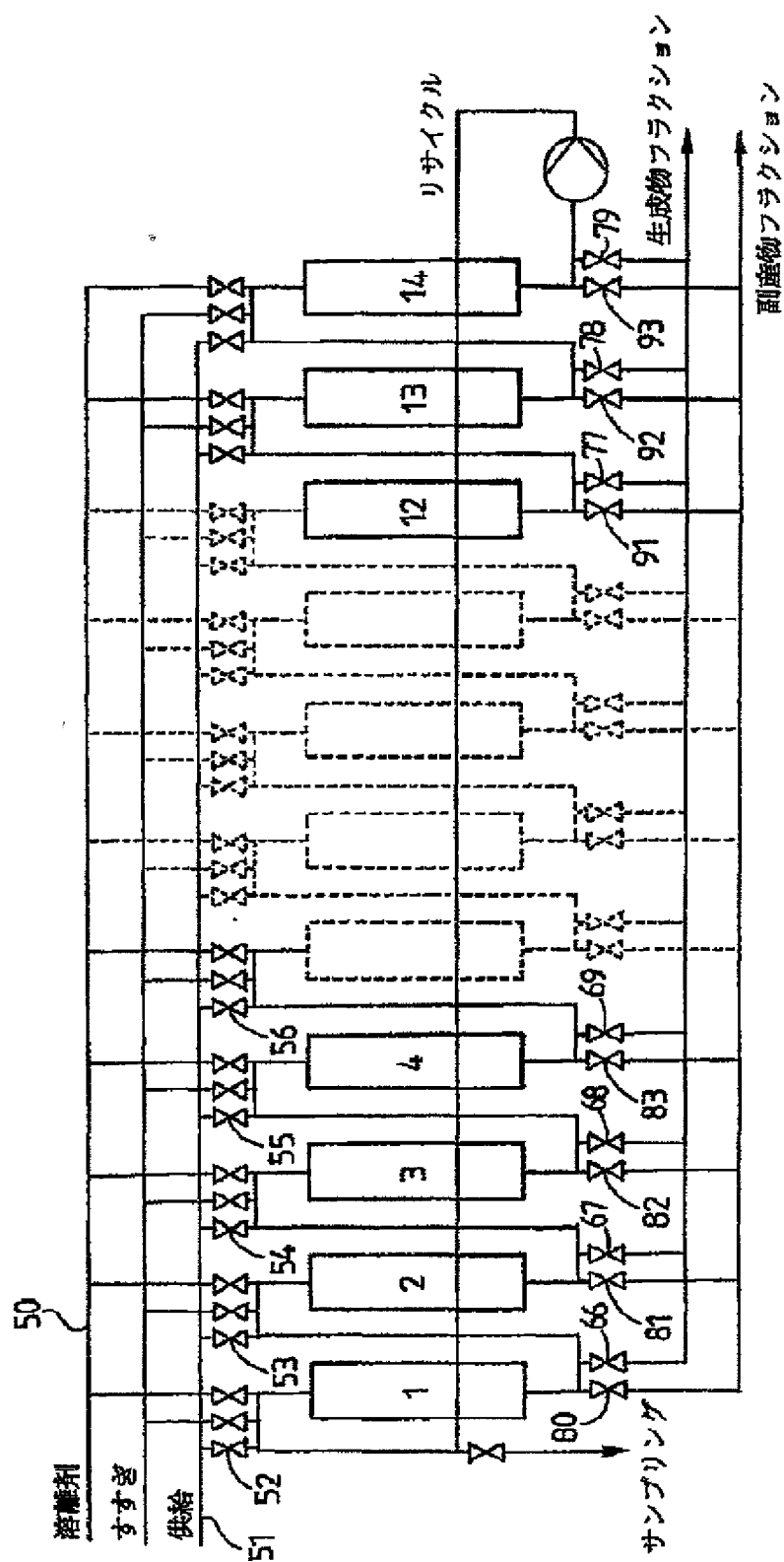


FIG. 2

[Drawing 3]

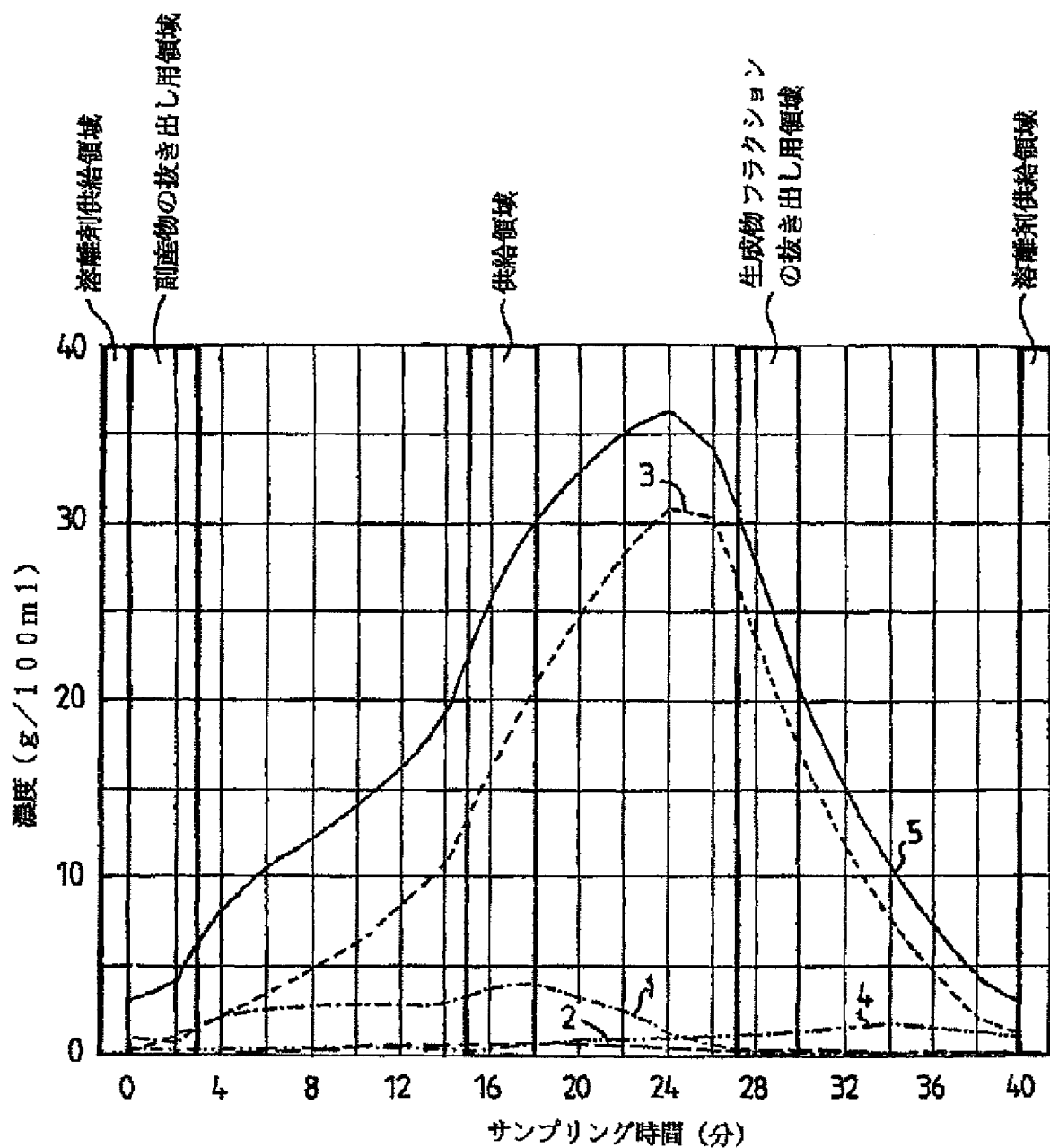


FIG. 3

[Drawing 4]

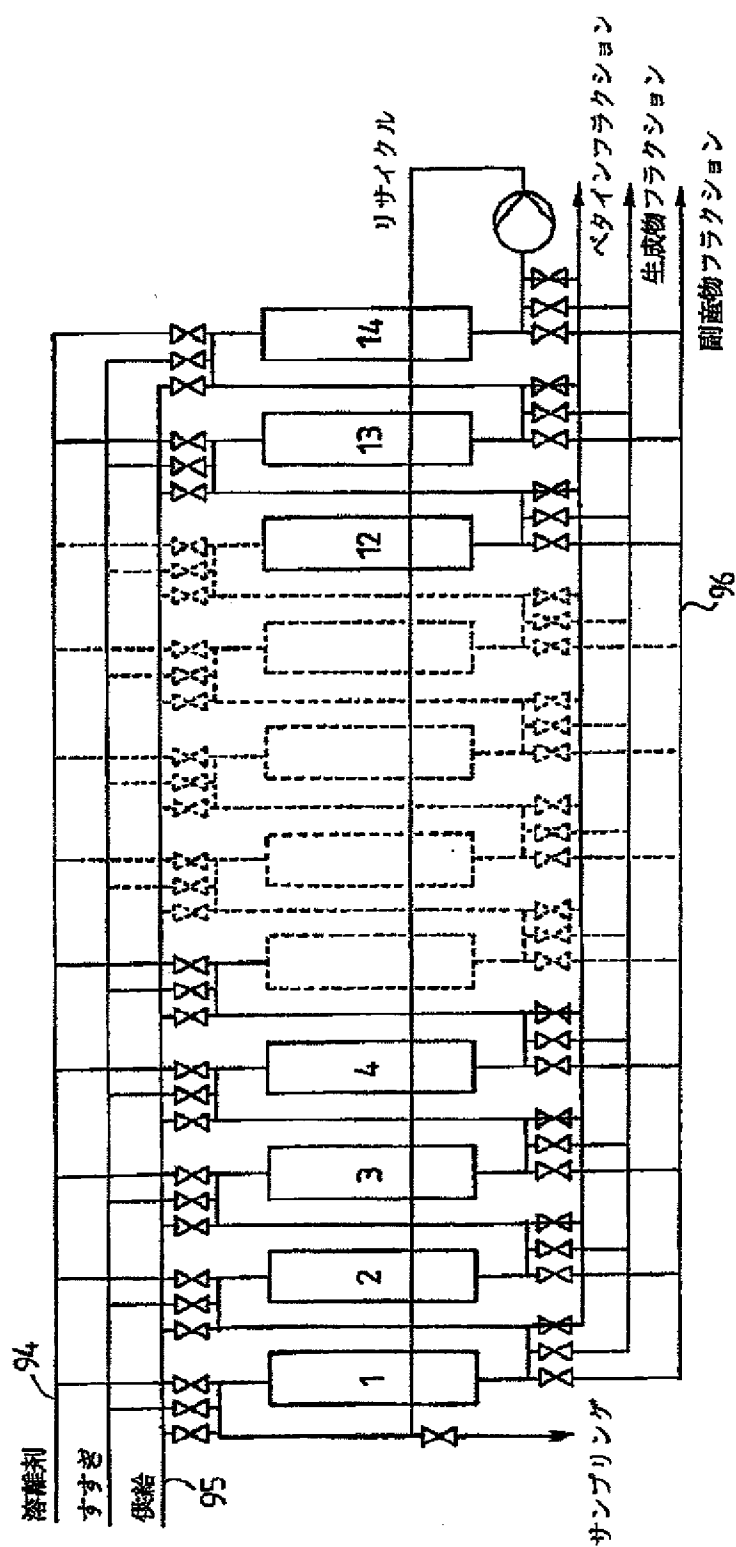


FIG. 4

[Drawing 5]

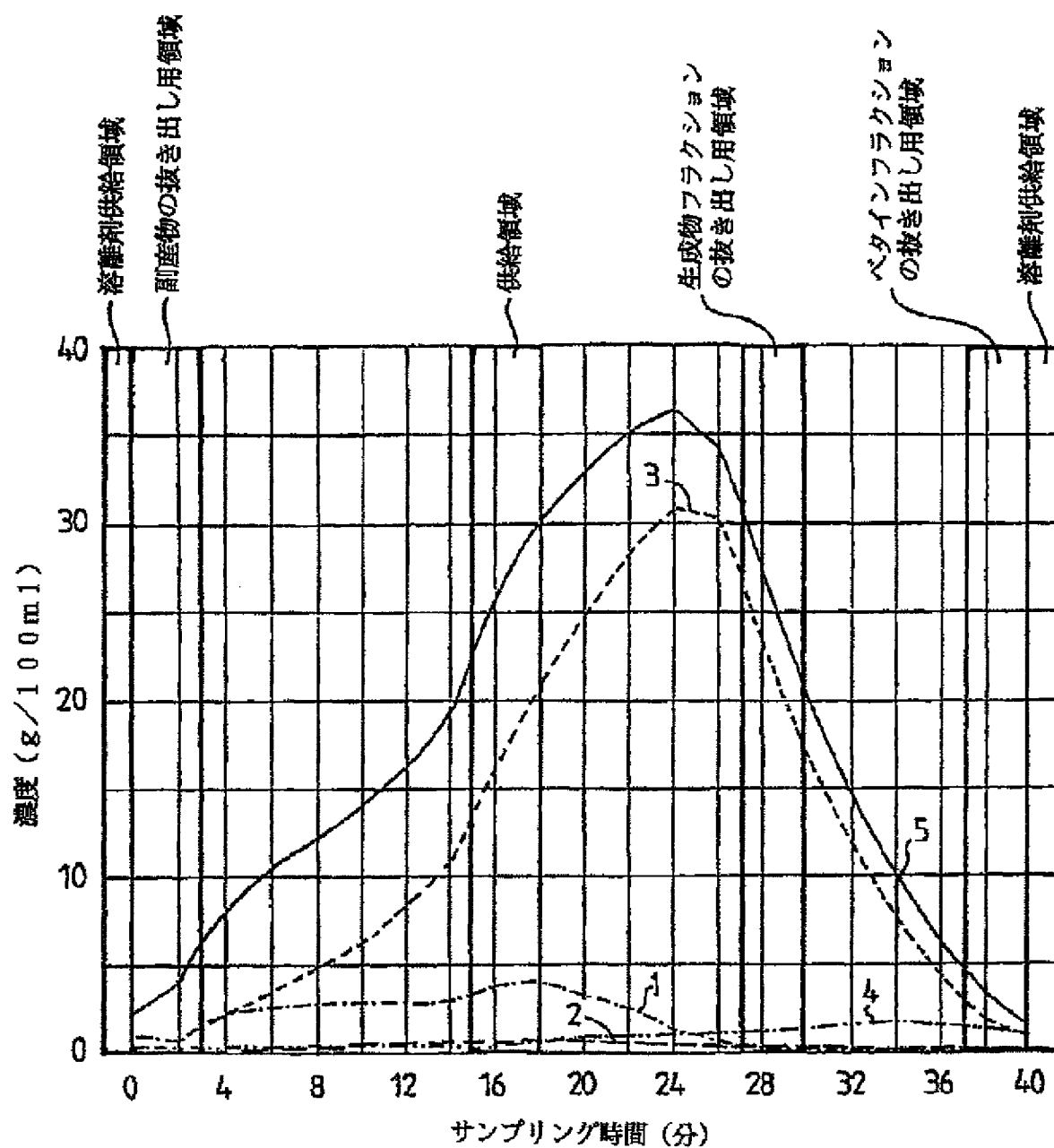


FIG. 5

[Drawing 6]

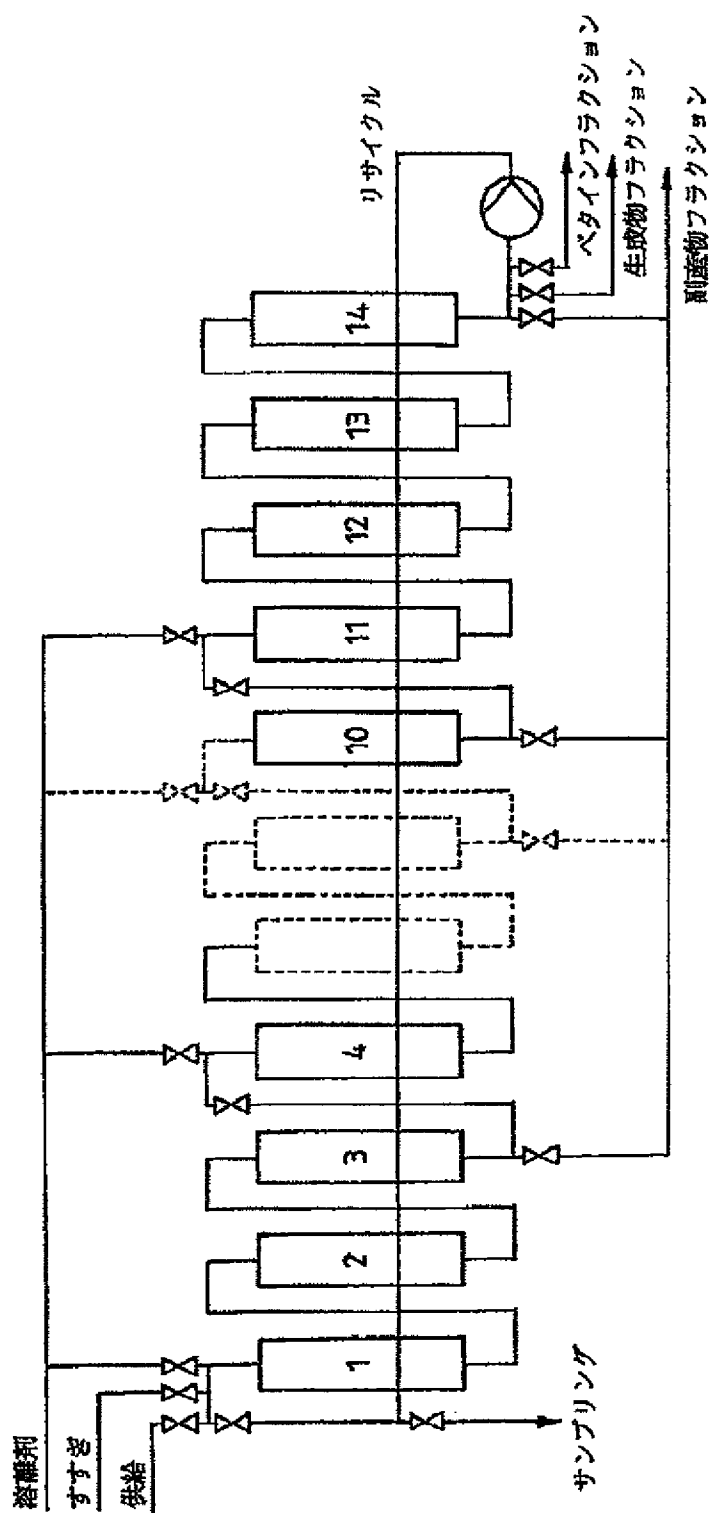


FIG. 6

[Drawing 7]

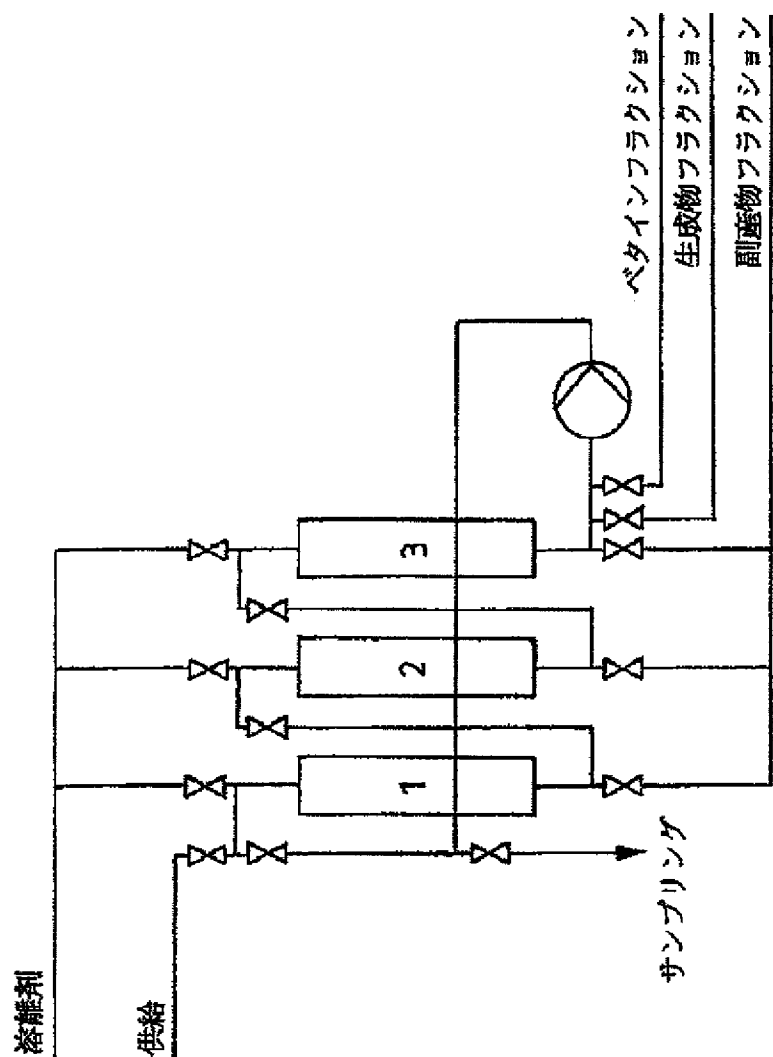


FIG. 7

[Drawing 8]

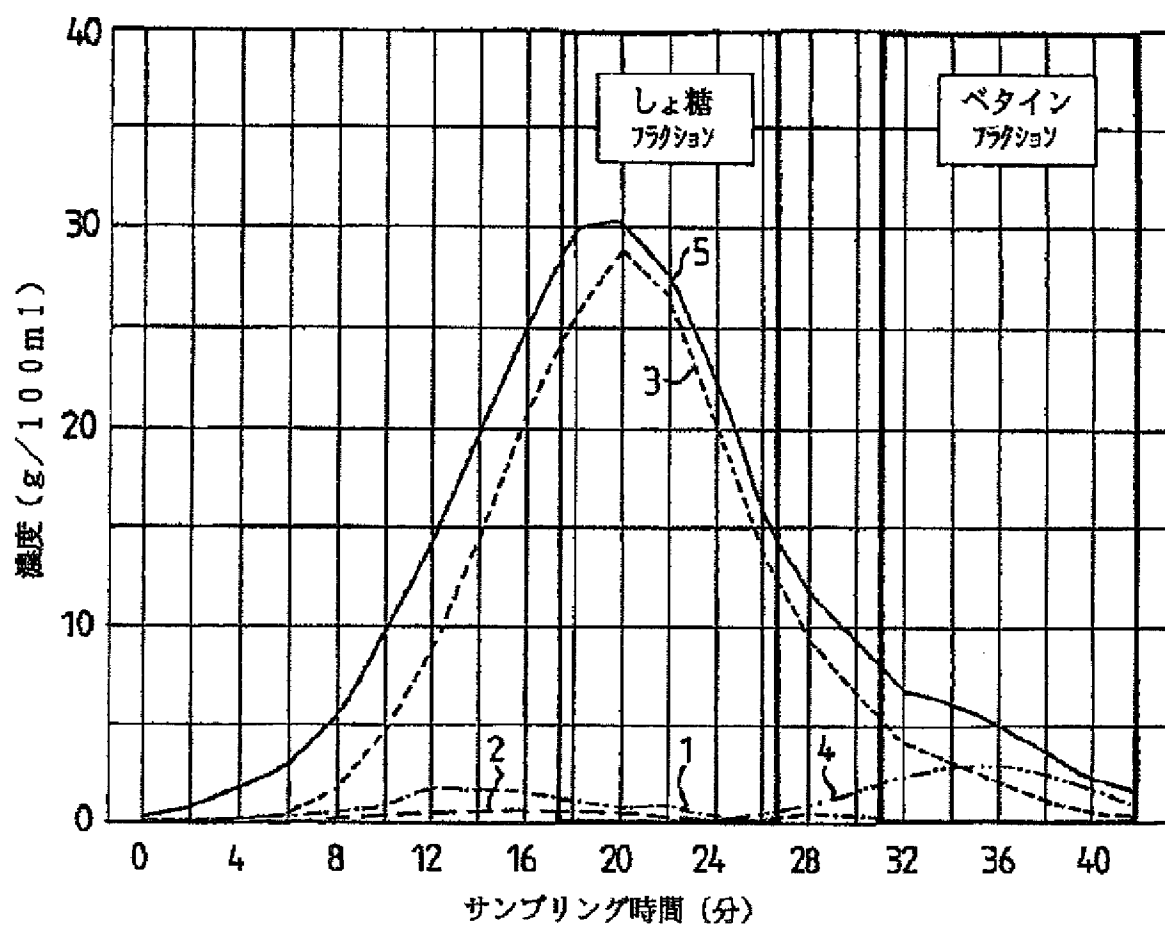


FIG. 8

[Translation done.]